

Entwurf und galvanotechnische Fertigung metallischer Trennmembranen für mediengetrennte piezoresistive Drucksensoren

Dem Fachbereich 18
Elektrotechnik und Informationstechnik
der Technischen Universität Darmstadt
zur Erlangung der Würde
eines Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)
genehmigte Dissertation

von

Dipl.-Ing. Christian Wohlgemuth
geboren am 17.10.1975
in Frankfurt am Main

Referent:	Prof. Dr.-Ing. habil. R. Werthschützky
Koreferent:	Prof. Dr.-Ing. habil. G. Gerlach
Tag der Einreichung:	10.10.2007
Tag der mündlichen Prüfung:	07.03.2008

Darmstadt 2008

D 17

Zusammenfassung

Gegenstand dieser Arbeit ist der Entwurf metallischer Trennmembranen für mediengetrennte Drucksensoren und deren Fertigung mit einem galvanotechnischen Verfahren. Anstoß für die Untersuchungen gab das Verbundprojekt mikrogehäuste mediengetrennte Silizium-Druck- und Differenzdrucksensoren für industrielle Anwendungen (MATCHDRUCK), das von 2002 bis 2005 vom BMBF gefördert wurde.

Die Grundlage für die Auslegung der Trennmembran bildet ein Modell der ölgefüllten Sensorzelle, das auf geometrischen und materialspezifischen Parametern beruht. Es ermöglicht, das Druck- und Temperaturverhalten der Messzelle vorauszuberechnen und die Anforderungen an das Auslenkungsverhalten der metallischen Trennmembran festzulegen.

Die Auslegung der Trennmembran erfolgt mit einem Optimierungsverfahren auf Basis analytischer Gleichungen der Plattentheorie. Neben den Werkstoffeigenschaften werden die Geometrieparameter Radius, Dicke, Konusform und Wellenhöhe berücksichtigt.

Zur Berechnung der akustischen Nachgiebigkeit der Trennmembran werden analytische Gleichungen aus den Ergebnissen von FEM-Simulationen mit Hilfe der nichtlinearen Regression abgeleitet. Die Grenze der Instabilität konischer Membranen wird eingehend untersucht.

Auf Grundlage dieser theoretischen Ansätze erfolgt der Entwurf von Trennmembranen, die mit einem neuartigen galvanotechnischen Fertigungsverfahren hergestellt werden. Zur stabilen Steuerung des galvanischen Prozesses werden die Einflussmöglichkeiten durch die Bad- und Prozessparameter auf die Niederschläge aus Nickelsulfamatelektrolyten eingehend untersucht.

Das entwickelte Entwurfsverfahren für metallische Trennmembranen auf Basis analytischer Gleichungen wird durch Überprüfung mit FEM-Simulationen und Messergebnissen der gefertigten Trennmembranen mit Abweichungen unter 5 % qualifiziert.

Das Modell der ölgefüllten Druckmesszellen wird durch Messergebnisse an Sensorzellen aus dem Verbundprojekt MATCHDRUCK mit einer Abweichung von unter 1 % bestätigt.

Die entwickelten Messzellen weisen ein piezoresistives Messelement sowie eine galvanisch abgeschiedene Nickelmembran mit einem Durchmesser von 9 mm auf. Das Sensorgehäuse ist aus LTC-Keramik gefertigt, die Signalverarbeitungselektronik ist integriert. Das Volumen des Differenzdruck-Messumformers beträgt 3,6 cm³. Die Messunsicherheit im Temperaturbereich von -25°C bis +85°C liegt unter 0,2 %.

Abstract

Topic of this thesis is the design of metallic diaphragms applied in media separated pressure sensors and their fabrication using a galvanoplastic procedure. Motivation for the investigations gave the joint project microhoused media separated silicon pressure and differential pressure sensors for industrial applications, encouraged between 2002 and 2005 by the BMBF.

A Model of the oil filled sensor cell, using geometric and material specific parameters, constitutes the basis for diaphragms design. The temperature and pressure caused behaviour is calculated to determine the demands on diaphragms rigidity.

The design of the metallic diaphragm is done by an optimisation procedure using analytic equations of plates and shells. Supplementary to the materials characteristics the geometric parameters radius, thickness, cone depth and wave depth are included.

For the calculation of diaphragms acoustic rigidity analytic equations are derived from FEM-simulations using the nonlinear regression. The limiting value of conical diaphragms is investigated in detail.

Using this theoretical formulation the design of a nickel diaphragm, formed in an innovative electroplating process, is derived. For a reliable control of the galvanic deposit of the electroplated metal film the effects of the electrolytic process are investigated systematically. The results are described by functions including the specific parameters electroplating: chemical concentrations, physical conditions and current flow.

The developed procedure of diaphragms design using analytic equations is qualified by comparison with FEM-simulations and measuring results of the electroplated diaphragms underbidding a difference of 5 %.

The model of oil filled sensor cells is validated by measuring results of sensor cells prepared in the joint project MATCHDRUCK with a variance below 1 %.

The developed pressure transmitters contain a piezoresistive measuring element and an electroplated nickel diaphragm showing a diameter of 9 mm. The housing of the sensor consist of LTC-ceramic. An electronic circuit for signal conditioning is integrated. The volume of the differential pressure transmitter amounts to 3.6 cm³. The measuring uncertainty in a temperature range between -25 °C and 85 °C is below 0,2 %.

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand in der Zeit von 2002 bis 2006 während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Elektromechanische Konstruktionen der Technischen Universität Darmstadt.

Die Arbeit behandelt die Auslegung ölgefüllter Druckmesszellen und ermöglicht die Berechnung galvanogeformter Trennmembranen. Damit gliedert sie sich in die Forschungen auf dem Gebiet der piezoresistiven Drucksensoren ein, die am Institut für Elektromechanische Konstruktionen kontinuierlich fortgeführt werden.

Mein Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. R. Werthschützky für die vertrauensvolle Zusammenarbeit bei der Erstellung der wissenschaftlichen Arbeit und bei den anderen Tätigkeiten am Institut.

Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. G. Gerlach danke ich für das große der Arbeit entgegen gebrachte Interesse und die Übernahme des Koreferats.

Meinen ehemaligen Kollegen am Institut und den administrativ-technischen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern danke ich für ihre gute Zusammenarbeit auf wissenschaftlicher und kollegialer Ebene. Diese Atmosphäre trug erheblich zum Gelingen der Arbeit und zur Freude an der Tätigkeit am Institut bei.

Für Beiträge zu dieser Arbeit im Rahmen von Projektseminaren, Studien- und Diplomarbeiten danke ich allen beteiligten Studenten.

Besonders bedanke ich mich bei Herrn Dr. Troßmann vom Institut für Werkstoffkunde für das große Interesse an den Teilen der Arbeit, die auf dem Gebiet der Galvanotechnik liegen.

Besonderer Dank gilt meinen Eltern für ihre Unterstützung während meines Studiums und meiner Promotion.

Bei meiner Frau Lia bedanke ich mich für das mir entgegengebrachte Verständnis und ihre Unterstützung während der Zeit der Schriftlegung und der Prüfung.

Berlin, April 2008

Christian Wohlgemuth

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung.....	1
1.1 Piezoresistive Silizium-Drucksensoren.....	2
1.2 Gehäuse von piezoresistiven Silizium-Drucksensoren.....	2
1.3 Forschungsschwerpunkte der Sensorgehäusung.....	3
2 Gehäusung piezoresistiver Drucksensorelemente – Stand der Technik.....	5
2.1 Konstruktionsprinzipien piezoresistiver Drucksensoren.....	6
2.1.1 Drucksensoren mit aufgestielt montiertem piezoresistiven Messelement.....	6
2.1.2 Drucksensoren mit Polymerabdeckung des Messelements.....	7
2.1.3 Mikrostrukturierte Messelemente.....	9
2.1.4 Mediengetrennter Drucksensor.....	10
2.1.5 Mediengetrennter Differenzdrucktransmitter.....	11
2.2 Miniaturisierung von mediengetrennten Drucksensoren.....	12
2.3 Zielstellung der Arbeit.....	13
3 Statisches Übertragungsmodell flüssigkeitsgefüllter Drucksensorgehäuse.....	15
3.1 Statisches Übertragungsmodell des Absolut- und Relativdruckgehäuses.....	16
3.2 Statisches Übertragungsmodell des Differenzdruckgehäuses.....	20
3.3 Modell des dynamischen Sensorverhaltens.....	21
3.4 Richtlinien für Gehäusekonstruktion und Membranentwurf.....	22
3.4.1 Zielgrößen des Übertragungsverhaltens.....	22
3.4.2 Skalierungseffekte bei der Miniaturisierung von Sensorgehäusen.....	23
3.4.3 Modell des Drucksensors im Kontext der gesamten Messkette.....	24
3.4.4 Anforderungen und Abschätzung der Trennmembran.....	25
4 Analytische und numerische Beschreibung von Trennmembranen.....	27
4.1 Grundlagen der Beschreibung von Trennmembranen mit Ansätzen der Elastomechanik. .	28
4.2 Beschreibung von realen Trennmembranen durch die Platten- und Scheibentheorie.....	29
4.2.1 Herleitung der Differentialgleichungen für rotationssymmetrische Flächentragwerke.....	30
4.2.2 Lösung der Differentialgleichungen.....	36

4.2.3	Ableitung der Wellenkonstanten aus der Wellenform.....	37
4.2.4	Abweichung der Lösungen der Differentialgleichungen für Flächentragwerke.....	39
4.2.5	Überblick über die Einflüsse von Geometrie- und Materialparametern auf die Nachgiebigkeit von Trennmembranen.....	41
4.2.6	Das Volumen unter der ausgelenkten Trennmembran.....	44
4.3	FEM-Simulation von Trennmembranen.....	47
4.3.1	Ablauf der Simulation einer Trennmembran.....	47
4.3.2	Simulationsergebnisse von Membranen.....	49
4.4	Ableitung analytischer Gleichungen aus Simulationsergebnissen.....	52
4.4.1	Grundlagen der Regressionsanalyse.....	53
4.4.2	Implementierung der Regressionsanalyse.....	55
4.5	Zusammenfassender Vergleich der Darstellungsformen für Trennmembranen.....	59
5	Entwurf optimierter Trennmembranen.....	61
5.1	Strukturierung der Optimierungsaufgabe.....	62
5.2	Einstellung der Membranlage im druckfreien Zustand.....	63
5.3	Instabilität konischer Membranen.....	66
5.4	Optimierung des druckabhängigen Auslenkungsverhaltens.....	68
5.5	Zusammenfassung des Entwurfs von Trennmembranen.....	71
6	Untersuchung der Niederschläge aus Nickelsulfamatelektrolyten.....	73
6.1	Grundlegende Vorgänge bei der galvanischen Abscheidung.....	74
6.1.1	Beschreibung des Nিকেlelektrolyten zur galvanischen Abscheidung.....	74
6.1.2	Vorgang der galvanischen Metallabscheidung.....	75
6.1.3	Vorgänge beim Stofftransport im Elektrolyten.....	78
6.1.4	Schichtentstehung durch Elektrokristallation an der Katode.....	79
6.1.5	Reaktionshemmungen im galvanischen Prozess.....	81
6.1.6	Elektrokristallisation an der Kathode.....	84
6.1.7	Der Einfluss von Pulse-Plating.....	87
6.1.8	Vorgänge bei der Legierungsabscheidung.....	89
6.2	Die galvanische Abscheidung von Nickel aus Sulfamatelektrolyten.....	91
6.3	Planung der Untersuchungen zu galvanisch abgeschiedenen Nickelschichten.....	93
6.3.1	Versuchsziele und Vorgehensweise.....	93
6.3.2	Planung der Versuchsreihen.....	95
6.3.3	Anlagen zur galvanischen Abscheidung.....	97
6.4	Untersuchung der inneren Spannungen galvanisch abgeschiedener Nickelschichten.....	98
6.4.1	Arten und Ursachen innerer Spannungen.....	99
6.4.2	Versuchsreihe 1 zur Messung innerer Spannungen.....	100

6.4.3	Versuchsreihe 2 zur Messung innerer Spannungen.....	103
6.4.4	Diskussion der Messergebnisse.....	104
6.5	Messung des Elastizitätsmoduls.....	112
6.6	Untersuchung der Schichtbeschaffenheit.....	113
6.7	Messung der Hermetizität.....	116
6.8	Untersuchung der Legierungsabscheidung aus Sulfatbädern.....	118
6.8.1	Beschreibung des ausgewählten ternären Sulfatbades.....	118
6.8.2	Ergebnisse der Legierungsabscheidung.....	119
6.8.3	Beurteilung der Möglichkeiten der Legierungsabscheidung.....	120
6.9	Prozessführung zur galvanischen Abscheidung von Trennmembranen.....	121
7	Messtechnische Verifizierung des Entwurfs angepasster Trennmembranen.....	124
7.1	Verifizierung der Modellbildung und des Entwurfs von Trennmembranen.....	124
7.1.1	Messplatz zur Bestimmung des Membranverhaltens.....	125
7.1.2	Untersuchung flacher Trennmembranen.....	127
7.1.3	Untersuchung konischer Trennmembranen.....	128
7.1.4	Untersuchung optimierter Trennmembranen.....	129
7.1.5	Untersuchung galvanogeformter Trennmembranen.....	132
7.1.6	Untersuchung der maximalen Auslenkung von Trennmembranen.....	134
7.2	Validierung des Modells zum Entwurf ölgefüllter Drucksensoren.....	135
7.2.1	Berechnung des Verhaltens miniaturisierter Drucksensoren.....	135
7.2.2	Validierung des Sensormodells anhand von Messwerten.....	136
7.2.3	Messergebnisse mit Signalverarbeitungsbaustein.....	137
8	Aufbau miniaturisierter Drucksensoren im Verbundprojekt MATCHDRUCK.....	139
8.1	Organisation des Verbundprojekts.....	139
8.1.1	Anforderungen an die miniaturisierten Drucksensoren.....	141
8.1.2	Ablauf und Struktur des Verbundprojekts.....	142
8.2	Beschreibung herausragender technischer Lösungen.....	143
8.2.1	Die Keramikkomponente des Sensorgehäuses.....	145
8.2.2	Das piezoresistive Silizium-Messelement.....	146
8.2.3	Die galvanisch abgeschiedene Trennmembran.....	148
8.2.4	Der Membranträger aus Edelstahl.....	151
8.2.5	Der Signalwandlerbaustein zur Kompensation von Messfehlern.....	152
8.3	Bewertung des Aufbaus der miniaturisierten Drucksensoren.....	154
9	Zusammenfassung der Ergebnisse und Ausblick.....	155
9.1	Physikalisches Modell flüssigkeitsgefüllter Drucksensoren.....	155

9.2 Entwurf von Trennmembranen.....	155
9.2.1 Modellbildung von Trennmembranen.....	156
9.2.2 Anwendung von Trennmembranen.....	156
9.3 Galvanoformung von Trennmembranen.....	157
9.4 Sensor-Gesamtsystem MATCHDRUCK.....	158
Anhang.....	159
A Marktübersicht Drucksensoren.....	159
B Ergänzungen zu den Plattengleichungen.....	161
C Ergänzungen zur Galvanik.....	168
D Messergebnisse der Eigenspannungen in Nickelniederschlägen aus Sulfamatbädern...	182
E Messergebnisse der Trennmembranen.....	185
F Statische Messung der Drucksensoren.....	186
Literatur.....	189
Literaturverzeichnis.....	189
Vom Verfasser betreute studentische Arbeiten.....	194
Eigene Veröffentlichungen.....	196

Abkürzungen und Formelzeichen

Formelzeichen	Bedeutung	SI-Einheit
A	Fläche	m ²
B	Bestimmtheitsmaß	
B ₀	Übertragungsfaktor	V/Pa
a _{eff}	Flächeneffektivitätsfaktor	
C	KapazitätKapazität	F
c	Konzentration	1/cm ³
c _A	Anfangskonzentration (zeitl.)	1/cm ³
c _{el}	elektrochemisches Äquivalent	g/Ah
c _k	Konzentration an der Kathode	1/cm ³
c _∞	Konzentration im Elektrolyten	1/cm ³
D	Diffusionskonstante	m ² /s
D	Biegesteifigkeit	
e	Elementarladung eines Elektrons = 1,602 · 10 ⁻¹⁹ C	C
E	Elastizitätsmodul	Pa
F	Faradaysche Konstante = 96.490 C/mol	C/mol
F	Kraft	N
F _{Hyst}	Hysteresefehler	%
F _{Lin}	Linearitätsfehler	%
F _Q	Scherkraft	N
h	Dicke der Membran	m
H	Konustiefe der Membran	m
H _W	Wellenhöhe der Membran	m
i _k	kathodische Stromdichte	A/cm ²
i _p	Pulsstrom	A
j _g	Grenzstromdichte	mA/cm ²
j _{gg}	Gleichgrenzstromdichte	mA/cm ²
j _{pg}	Pulsgrenzstromdichte	mA/cm ²
k	normierte Biegesteifigkeit	
k ₁	radiale Konstante der inhomogenen Platte	
k ₂	tangentiale Konstante der inhomogenen Platte	
K	Ionenprodukt	
X		

K_{ad}	adiabatische Kompressionskonstante	Pa^{-1}
K_{lin}	linearer Anteil in der Membrangleichung	
K_{quad}	quadratischer Anteil in der Membrangleichung	
K_{kub}	kubischer Anteil in der Membrangleichung	
m	Masse	kg
m_a	atomare Masse	g
M	Moment	Nm
N	mechanische Nachgiebigkeit	m Pa^{-1}
N_a	akustische Nachgiebigkeit	$\text{Pa s}^2 \text{ m}^{-1}$
n	Anzahl der Wellen der Membran	
n^*	Teilchendiffusionsstrom	$1/\text{cm}^2$
n_{mol}	Anzahl Atome je Mol = $6,023 \cdot 10^{23}$	
p	Druck ($1 \text{ Pa} = 1 \text{ N m}^{-2}$)	Pa
p_N	Nenndruck eines Drucksensors	Pa
p_{vor}	inertialer Druck im Sensorgehäuse	Pa
Q	normal wirkende Kraft an einem Flächentragwerk	N
Q	kleinstes Fehlerquadrat	
r	Radius	cm
r^*	kritischer Keimradius	cm
r	Radius als Variable	m
r	Korrelationskoeffizient	
R	Radius der Membran	m
t_C	Ladezeit eines Kondensators	s
t_{ex}	Expositionszeit	s
T	mechanische Spannung	Pa
T_{vor}	mechanische Vorspannung der Membran	Pa
u_0	Offsetspannung	V
u_a	Ausgangsspannung	V
U_C	Konzentrationsüberspannung	V
U_D	Durchtrittsüberspannung	V
U_{ex}	externe Spannung	V
U_{ges}	Gesamtspannung	V
U_K	Kristallisationsüberspannung	V
U_{kath}	Kathodenpotential	V
$U_{Me/MeZ+}$	Gleichgewichtsspannung	V
U_N	Normalpotential	V

U_W	Widerstandsüberspannung	V
$U_{\ddot{U}}$	Überspannung	V
V	Volumen	m^3
V_0	Unterziehvolumen	m^3
V_n	normiertes Volumen	
V_S	Schluckvolumen	m^3
x	Richtung	
x_{mn}	Einflussgröße	
y	Auslenkung der Membran	m
y_0	Auslenkung des Membranmittelpunkts	m
y_{00}	Auslenkung des Membranmittelpunkts durch V_0	m
y_{0S}	Auslenkung des Membranmittelpunkts durch V_S	m
y_n	normierte Auslenkung des Membranmittelpunkts	
y_{Zi}	Zielgröße	
Z	Wertigkeit eines Atoms	
a_B	Temperaturkoeffizient des Übertragungsfaktors	K^{-1}
a_N	Temperaturkoeffizient der Nullpunktspannung	K^{-1}
a	Dissoziationsgrad	%
b	Koeffizient	
b	Wellenwinkel der Membran	
g	Grenzflächenenergie	
D_G	freie Enthalpie	J
D_{G^*}	Energiebarriere stabiler Keime	J
D_{GO}	freie Enthalpie der Oberfläche	J
D_{gV}	freie Enthalpie je Volumeneinheit cm^3	$J\ cm^{-3}$
D_{GV}	freie Enthalpie des Volumens	J
D_p	Druckdifferenz	Pa
D_{u_a}	Abweichung der Ausgangsspannung	V
D_V	Volumendifferenz	m^3
D_J	Temperaturdifferenz	K
d	Ausdehnung einer Diffusionszone	m
d_N	Nernst'sche Diffusionszone	m
d_P	Ausdehnung der Diffusionszone bei Pulsplating	m
h	Wirkungsgrad	

Q	Benetzungswinkel	°
q	Neigewinkel der Membran	
J	Temperatur	°C
J	Biegewinkel der Membran	rad
μ	Querkontraktionszahl	
x	infinitesimal kleine Auslenkung	m
p	Kreiszahl = 3,1416	
r	normierter Radius	
r	Dichte	g/cm ³
y	normierte tensile Kraft	

Wiederkehrende Indizes

b	Biegung
d	Dehnung
DSP	Drucksensorplatte
Ein	eingebautes Teil
Geh	Gehäuse
h	Hilfsvariable
Med	Füllmedium
n	normiert
opt	optimierte Größe
r	radial
Sens	Sensorsystem, ölgefüllt
t	tangential
x, y, z	Raumrichtungen

Abkürzungen

BMBF	Bundesministerium für Bildung und Forschung
DGL	Differentialgleichung
EDX	EnergieDispersive Röntgenspektroskopie
EMV	Elektromagnetische Verträglichkeit
FEM	Finite Elemente Methode
GFK	Glasfaserverstärkter Kunststoff
LTCC	Low-temperature-Cofired-Ceramik (Niedertemperatursinterkeramik)

OEM	Original Equipment Manufacturer
TO	Transistor Outline
WIG	Wolframelektrode-Inert-Gas-(Schweißen)

1 Einleitung

Die Entwicklung von Messgeräten für die physikalische Größe Druck ist in ihrer historischen Entwicklung eng mit der Auslegung elastischer mechanischer Bauteile verbunden. Beispiele für rein mechanische Druckmessgeräte sind das Rohrfedermanometer oder die Bourdonfeder, die 1846 von Ingenieur SCHINZ erstmals öffentlich präsentiert wurde, und das Plattenfederdruckmessgerät, das im Jahr 1850 durch B. SCHÄFFER entwickelt wurde. Es eignet sich bei beidseitiger Druckeinleitung zum Messen von Differenzdrücken [Wue65], [Ebe53].

Durch die fortschreitende Entwicklung elektrischer Geräte in der Mess- und Prozessautomatisierungstechnik seit Anfang des 20. Jahrhunderts war die Entwicklung von mechanoelektrischen Wandlern für die Druckmesstechnik notwendig. Die ersten Konstruktionen nutzen in Abwandlung des Plattenfederdruckmessgeräts das kapazitive, resistive und induktive Prinzip. Probleme bereiten große Hysteresefehler und die Langzeitstabilität.

Eine wesentliche Verbesserung der Langzeitstabilität wurde ab 1940 durch die Verwendung von metallischen Dehnmessstreifen als mechanoelektrische Wandler erreicht. Diese erfassen als Wheatstonebrücke verschaltet die von der Druckbeaufschlagung abhängige Dehnung einer metallischen Platte [Kel03].

Die beschriebenen mechanoelektrischen Wandler zur Druckmessung sind aufwändige feinmechanische Geräte, deren Herstellung mit hohem Kostenaufwand verbunden ist, so dass sie nur in hochwertigen Investitionsgütern wie in der Prozessmesstechnik und im Maschinenbau zum Einsatz kommen.

Erst durch die Entwicklung von in Mikrosystemtechnik gefertigten mechanoelektrischen Druckwandlern ist es möglich, Drucksensoren als Massenprodukt kostengünstig herzustellen. Diese Sensoren basieren auf dem kapazitiven und piezoresistiven Effekt. Mit Hilfe der gleichzeitig entwickelten Mikroelektronik können komplexe Mess- und Regelsysteme nicht nur in Investitions- sondern auch in Konsumgütern realisiert werden. Ein herausragendes Beispiel für die Komplexität ist die Motorsteuerung von Kraftfahrzeugen [Bau01]. Beispiele für die Kostenreduktion sind Konsumgüter wie Wetterstationen und Sportuhren, die den Luftdruck erfassen und zu Preisen von unter 20,- € im Einzelhandel erhältlich sind [Con06].

1.1 Piezoresistive Silizium-Drucksensoren

Der piezoresistive Effekt wird im Rahmen der Untersuchungen von Störeffekten am 1947 erfundenen Transistor 1953 durch CHARLES C. SMITH entdeckt [Smi54]. Er beschreibt die Veränderung des Grundwiderstands eines dotierten Halbleitermaterials durch den Einfluss mechanischer Spannungen. SMITH regte an, diesen Effekt gezielt zu nutzen.

1961 präsentiert die Fa. Kulite das erste Labormuster eines Drucksensor mit vier piezoresistiven Widerständen auf einem Substrat, das auf eine Stahlplatte als Verformungskörper gefügt wird.

1966 wird erstmalig das Siliziumsubstrat als Verformungskörper genutzt, d. h. mechanische und elektrische Funktionen sind in einem mikrosystemtechnischen Bauteil integriert.

Die mechanische Fertigung wird durch die Einführung folgender Verfahren vervollkommen: 1967 isotropes und anisotropes Ätzen, 1969 anodisches Bonden für die Aufbau- und Verbindungstechnologie, 1970 elektrochemischer Ätzstop [Ger05].

Seit Ende der 1990-er Jahre wird bei piezoresistiven Druckmesselementen eine stärkere Verbesserung der Stabilität erzielt, als für viele Anforderungen des Massenmarktes notwendig ist. Deshalb wird die Größe eines Messelements im Waferverband reduziert, womit eine höhere Ausbeute und damit ein niedrigerer Preis erzielt wird. Die Verschlechterungen der Messunsicherheit wird in Kauf genommen.

1.2 Gehäuse von piezoresistiven Silizium-Drucksensoren

Die hohe chemische Empfindlichkeit piezoresistiver Drucksensoren macht eine Gehäusung der Silizium-Sensorelemente notwendig. Die zentralen Anforderungen sind, mechanische und chemische Einflüsse durch das Messmedium fernzuhalten, ohne die Druckeinleitung zu stören, und eine mechanische Verbindung zum Sensorelement herzustellen, ohne zusätzliche mechanische Spannungen in die piezoresistiven Widerstände einzutragen.

Die Fa. Kulite bringt 1969 den ersten Drucksensor mit piezoresistivem Messelement auf den Markt. Das Messmedium wirkt direkt auf das Messelement ein.

Die Massenproduktion von piezoresistiven Drucksensoren beginnt 1974. Sie werden als Absolutdrucksensoren im Ansaugtrakt von Kraftfahrzeugen eingesetzt. Die Druckeinleitung erfolgt über die Rückseite, das Referenzvakuum wirkt auf die Plattenoberseite [Dau99].

Um Zerstörungen am Silizium-Messelement zu verhindern, werden mediengetrennte Drucksensoren entwickelt. Das Messmedium wirkt nicht mehr direkt auf das Sensorelement ein. Durch Trennmembranen wird der Druck auf inertes Silikonöl übertragen, das die Druckeinleitung auf das Messelement gewährleistet. Bei der Konstruktion des Gehäuses müssen die stark abweichenden Temperaturendeckungskoeffizienten von Edelstahl als Gehäusewerkstoff, Silikonöl als Füllmedium und Silizium beachtet werden. Durch die Entwicklung dieser aufwändigen Ge-

häuse werden piezoresistive Drucksensoren in der Prozessmesstechnik einsetzbar. Vorreiter dieser Gehäusetechnologie sind folgende Firmen:

- Honeywell, USA 1974 [Wea71], [Whi78]
- Keller, Schweiz, 1977 [Kel03]
- VEB Geräte- und Reglerwerke Teltow 1984, jetzt Endress und Hauser [Sto06]

Die am Markt erhältlichen piezoresistiven Drucksensoren lassen sich in zwei Gruppen unterteilen:

- Preisgünstige Drucksensoren, bei denen das Messmedium direkt auf das Sensorelement einwirkt. Ihre Medienbeständigkeit ist eingeschränkt. Sie kommen bevorzugt in den Bereichen der Konsumgüter, Medizintechnik und Kfz-Industrie zum Einsatz.
- Hochpreisige Drucksensoren, bei denen das Messmedium indirekt auf das Sensorelement einwirkt. Ihre Medienbeständigkeit ist fast uneingeschränkt. Sie kommen bevorzugt in Investitionsgütern des Maschinenbaus und der Prozessmesstechnik zum Einsatz.

1.3 Forschungsschwerpunkte der Sensorgehäusung

Diese Arbeit steht im Kontext der Forschungen an piezoresistiven Drucksensoren am Institut für Elektromechanische Konstruktionen der Technischen Universität Darmstadt. In vorherigen Arbeiten wurden folgende Themenstellungen untersucht:

- Messunsicherheit elektromechanischer Wirkprinzipien zur Druckmessung [Kuh01].
- Miniaturisierung und Funktionsintegration von mediengetrennten Drucksensorgehäusen [Oho01].
- Optimierung der signalverarbeitenden Primärelektronik für piezoresistive Drucksensoren [Zah03].
- Entwurf von piezoresistiven Druckmesselementen [Sta04].
- Einfluss der Gehäusung auf die Messunsicherheit mediengetrennter Drucksensoren [Sin07].

Gegenstand dieser Arbeit ist die Analyse und Weiterentwicklung der Verfahren zum Entwurf angepasster Trennmembranen für flüssigkeitsgefüllte Drucksensoren und deren galvanotechnische Fertigung. Grundlage ist ein physikalisches Sensormodell, das den Einfluss des Sensorgehäuses auf das Messelement und die Anforderungen an das Auslenkungsverhalten der Trennmembran beschreiben soll. Die akustische Nachgiebigkeit der Trennmembran soll mit einem angepassten Verfahren ermittelt werden, das unter Berücksichtigung der besonderen Eigenschaften galvanogeformter Trennmembranen eine optimale Auslegung ermöglicht. Zur Einhaltung der im Entwurf festgelegten mechanischen Parameter der Trennmembran im Fertigungs-

prozess müssen die Einflüsse von Badrezeptur und Abscheidungsparameter auf die Niederschläge aus Nickelsulfamatbädern systematisch untersucht werden. Die theoretischen Ergebnisse des Membranenwurfs und des Gesamtsystems mediengetrennter piezoresistiver Drucksensoren werden an Mustern von Trennmembranen und Sensorsystemen erprobt.

Die Motivation und Durchführung dieser Arbeit, besonders im Bereich des Musterbaus, basiert auf dem Verbundprojekt MATCHDRUCK, das von 2002 bis 2005 vom BMBF gefördert wurde [Blo02], [Thi06].

2 Gehäuse piezoresistiver Drucksensorelemente – Stand der Technik

Das Gehäuse eines piezoresistiven Silizium-Drucksensorelements hat die Aufgabe, störende Umwelteinflüsse vom mechano-elektrischen Wandler fernzuhalten, dabei die eingeleitete Messgröße Druck nicht zu verfälschen und möglichst keine Rückwirkung auf das Messelement hervorzurufen. Maßgebliche Störeinflüsse bei der Druckmessung auf das Sensorgehäuse und das Sensorelement sind:

- Mechanische und chemische Wirkung des Messmediums auf das Sensorgehäuse.
- Beeinflussung des auf das Druckmesselement wirkenden Drucks bei der Druckeinführung durch das Sensorgehäuse.
- Mechanische Zusatzspannungen durch die Montage des Druckmesselements im Sensorgehäuse.

Entsprechend der jeweiligen Anwendung wurden verschiedene Gehäusebauformen für piezoresistive Drucksensoren entwickelt. Dabei sind zwei Konzepte zu unterscheiden. Zum einen wird die Widerstandsfähigkeit des Silizium-Sensorelements durch Passivierung oder Verguss erhöht, oder das Drucksignal wird über eine korrosionsfeste Membran mediengetrennt in eine inerte Flüssigkeit eingeleitet, mit der das Sensorelement in Kontakt steht [Kad05], [Sin04].

Handelsüblich sind folgende Bauformen von Drucksensoren: Messelemente, Messzellen und Messumformer. Abbildung 2.1 zeigt die Signalverarbeitungskette [Pfe89].

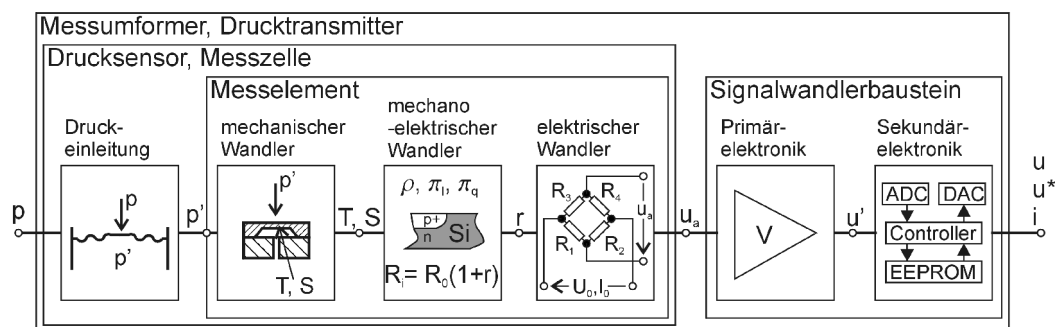


Abbildung 2.1: Signalverarbeitungskette eines mediengetrennten Absolutdruckumformers

Das Messelement umfasst nur den mechano-elektrischen Wandler. Das elektrische Ausgangssignal wird direkt an der Messbrücke abgenommen. Drucksensoren umfassen zusätzlich eine Gehäuseung zum Schutz des Messelements. Ihr elektrisches Ausgangssignal ist ebenfalls die Brückenspannung. Messumformer umfassen zusätzlich zum Drucksensor eine Primär- und Sekundärelektronik mit angepassten Signalverarbeitungsbausteinen zur Kompensation von systematischen Einflüssen und statischen Fehlern. Das Ausgangssignal wird in Form eines standardisierten analogen oder digitalen Signals ausgegeben.

Bei Drucksensoren der Prozessmesstechnik, an die höchste Anforderungen bezüglich der Messunsicherheit und Langzeitstabilität gestellt werden, sind nur Messumformer mit integrierter Elektronik zur Aufbereitung des Signals der Messbrücke handelsüblich [Gev00].

2.1 Konstruktionsprinzipien piezoresistiver Drucksensoren

Das Anwendungsspektrum piezoresistiver Silizium-Drucksensoren erstreckt sich von Konsumprodukten der Weißen Ware über die Massenanwendung in der Kraftfahrzeugtechnik bis hin zu hochwertigen Investitionsgütern des Maschinenbaus und der Prozessmesstechnik. Die gemessenen Drücke weisen eine Spanne zwischen 10 mbar und 1000 bar auf.

Im Folgenden werden an Beispielen Stand der Technik und verschiedene Konstruktionsprinzipien typischer Drucksensorgehäuse erläutert.

Es wird kein direkter Vergleich angestrebt, sondern es werden verschiedene anwendungsspezifische Lösungen aufgezeigt.

2.1.1 Drucksensoren mit aufgestielt montiertem piezoresistiven Messelement

Die älteste Form in Großserie produzierter piezoresistiver Absolutdrucksensoren wird in Abbildung 2.2 gezeigt [Bau01], [Trä98], [Pfe89].

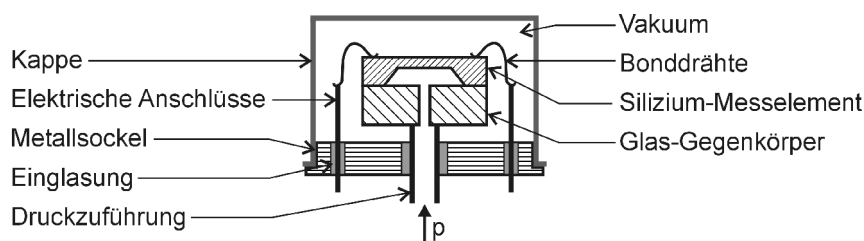


Abbildung 2.2: Absolutdrucksensor mit aufgestielt montiertem piezoresistiven Messelement

Das Drucksensorelement wird mit einem Glaslot oder einer Klebung auf einem Rohr aus Glas oder Metall montiert. Die Befestigung erfolgt auf der Unterseite des Glaskörpers, um den Ein-

fluss der an der Montagestelle entstehenden mechanischen Spannungen auf die Druckmessplatte möglichst gering zu halten. Die Einwirkung des Messmediums erfolgt ebenfalls durch dieses Rohr auf die Rückseite des Sensors. Dort befindet sich eine homogene Siliziumschicht, die keine korrosionsanfälligen Bereiche durch Dotierungszonen, Metallisierungen und Bonddrähte aufweist. Durch homogene Oxid- oder Nitridschichten kann die Sensorrückseite im Besonderen geschützt werden. Siliziumnitrid weist mit $10^{-18} \text{ cm}^2/\text{s}$ eine ähnlich niedrige Diffusionskonstante wie Stahl auf.

Die elektrische Kontaktierung des Sensorelements erfolgt über Bonddrähte, die Anschlüsse des Sensors sind durch Glaslot isoliert und hermetisch dicht ins Sensorgehäuse eingelassen. Zum Schutz der empfindlichen Oberseite des Drucksensorelements und der Kontaktierung wird eine Metallkappe im Impulsschweißverfahren aufgebracht. Im Raum unter der Kappe herrscht Vakuum, das den Referenzdruck zur Absolutdruckmessung bildet. Die Gehäusebauform ist an Transistorgehäuse angelehnt. Die am weitesten verbreitete Ausführung ist TO 8. In Tabelle 2.1 und im Anhang A sind die Eigenschaften dieser Sensorgehäusebauform zusammengefasst.

Tabelle 2.1: Überblick der Eigenschaften aufgestielt montierter piezoresistiver Drucksensoren

Bauart	Drucksensor
Nenndruckbereich, Druckart	1 bis 400 bar, Absolutdruck
Messunsicherheit	0,5 bis 1 %FS
typische Messmedien	Luft, Öle, verdünnte Säuren
Baugröße	2,2 cm ²
Gehäusewerkstoff	Edelstahl, Kovar
Ausgangssignal	Signal der Messbrücke
typischer Einsatzort	Kfz-Technik, Maschinenbau, Medizintechnik
typische Kosten (Einzelexemplare)	30,- €

Vorteile der Aufstielung liegen in der guten Entkopplung störender mechanischer Einflüsse auf das Drucksensorelement und in der Einwirkung des Messmediums auf die relativ gut geschützte Unterseite der Messplatte. Die Nachteile sind die eingeschränkte Verwendung, da nur die Ausführung als Absolutdrucksensor möglich ist, und der fertigungstechnische Aufwand.

2.1.2 Drucksensoren mit Polymerabdeckung des Messelements

Mit der Weiterentwicklung von weichen lanzeitstabilen Silikonkautschukklebern entsteht eine kostengünstigere Bauform als die Aufstielung, um Drucksensorelemente in Gehäuse zu montieren. Abbildung 2.3 zeigt einen typischen Aufbau [Dei05], [Bau01].

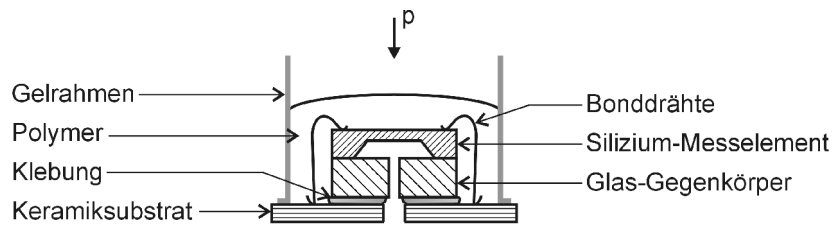


Abbildung 2.3: Relativdrucksensor mit eingeklebtem piezoresistiven Messelement und Polymerabdeckung

Zur Entkopplung des Glas-Gegenkörpers des Drucksensorelements vom Sensorgehäuse, die unterschiedliche Temperatúrausdehnungskoeffizienten aufweisen, dient eine weiche Silikonkautschukkleberschicht. Der Elastizitätsmodul liegt im Bereich von 2 MPa. Die Sensoroberseite, auf die das Messmedium einwirkt, wird zum Schutz mit einer Polymermasse vergossen. Die Diffusionskonstante der Polymere ist mit 10^{-5} bis 10^{-7} cm²/s wesentlich höher als die von Oxidschichten. Kompensiert wird dies durch die Dicke der Polymerschicht im Millimeterbereich und durch den Einsatz von Catcher-Molekülen, die eindiffundierende Atome oder Moleküle an sich binden. Die elektrische Kontaktierung erfolgt über Bonddrähte, die unter der Polymerschicht geschützt sind.

Im Gegensatz zur aufgestellten Konstruktionsvariante ist eine beidseitige Druckeinleitung zur Relativ- und Differenzdruckmessung möglich. Zur Absolutdruckmessung weisen Glaskörper und Sensorgehäuse keine rückseitige Bohrung auf, so dass sich unter der Messplatte der Referenzdruck befindet. In Tabelle 2.2 und im Anhang A sind die Eigenschaften dieser Sensorgehäusebauform zusammengefasst.

Tabelle 2.2: Überblick der Eigenschaften verklebter piezoresistiver Druckmesselemente mit Polymerabdeckung

Bauform	Drucksensor
Nenndruckbereich, Druckart	0 bis 12 bar, Absolutdruck, Relativdruck, Differenzdruck mit Einschränkungen
Messunsicherheit	typ. 0,2 bis 0,5 %FS
typische Messmedien	Vorderseite: Luft, Gase Rückseite: Luft, Öle, verdünnte Säuren
Baugröße	2,2 cm ²
Gehäusewerkstoff	Metall, Keramik, GFK
Ausgangssignal	Signal der Messbrücke
typischer Einsatzort	Kfz-Technik, Maschinenbau, Konsumgüter
typische Kosten (Einzelexemplare)	35,- €

Vorteile des Verklebens und Vergießens von Druckmesselementen mit Polymeren liegen in der kostengünstigen Fertigung bei gleichzeitig guter mechanischer Entkopplung vom Gehäuse. Ein Fügen auf eine große Auswahl an Gehäusewerkstoffen wie Keramiken, Kunststoffe und Leiterplatten ist möglich. Alle drei Druckarten können gemessen werden: Absolutdruck bei geschlossenem Gegenkörper, Relativ- und Differenzdruck unter Beachtung der Medienresistenz.

Nachteil dieser Gehäusebauform ist aufgrund der Eigenschaften der Polymere die eingeschränkte Medienresistenz und die temperaturbedingte Rückwirkung des Vergusses der Sensoroberseite auf die mechanischen Spannungen in der Druckmessplatte.

2.1.3 Mikrostrukturierte Messelemente

Durch eine mikrotechnische Strukturierung des Sensorelements wird eine direkte Messung des Absolutdrucks möglich. Abbildung 2.4 zeigt diesen Aufbau [Gre99], [Akt05].

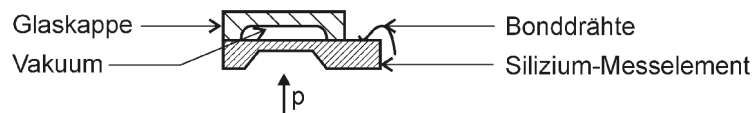


Abbildung 2.4: Mikrotechnischer piezoresistiver Absolutdrucksensor

Die Kammer mit dem Referenzvakuum wird als Glasbauteil im Waferverband anodisch auf den Drucksensor gebondet. Sie deckt die empfindliche Oberseite der Messplatte ab. Die Bondverbindungen sind relativ weit von der Messplatte entfernt, so dass bei einem schützenden Verguss geringe mechanische Spannungen in die Druckmessplatte eingetragen werden. Die Druck- und Medieneinwirkung erfolgt auf der Unterseite der Druckplatte, die durch homogene Oxidschichten geschützt ist. Die Montage erfolgt durch Bonden auf einen Glaskörper und anschließende Gehäusung. In Tabelle 2.3 und im Anhang A sind die Eigenschaften dieses Messelements zusammengefasst.

Tabelle 2.3: Überblick über die Eigenschaften mikrostrukturierter Absolutdrucksensoren

Bauform	Messelement
Nenndruckbereich, Druckart	1 bis 16 bar, Absolutdruck
Messunsicherheit	0,3 % FS
typische Messmedien	Vorderseite: Luft, Gase Rückseite: Luft, Öle, verdünnte Säuren
Baugröße	5 mm ²
Gehäusewerkstoff	Silizium, Glas
Ausgangssignal	Signal der Messbrücke
typischer Einsatzort	Kfz-Technik

2 Gehäuseung piezoresistiver Drucksensorelemente – Stand der Technik

Bauform	Messelement
typische Kosten (Einzelexemplare)	6,- €

Diese Bauform ermöglicht die kostengünstige Fertigung der Kammer mit dem Referenzvakuum im Waferverband. Weitere Vorteile sind die Druckeinleitung auf die passivierte Rückseite der Druckmessplatte und das Fernhalten störender mechanischer Spannungen von der Messplatte. Nachteil ist, dass diese Konstruktionsvariante nur zur Absolutdruckmessung geeignet ist.

2.1.4 Mediengetrennter Drucksensor

Sobald die langzeitstabile Abschirmung des Messelements vor dem Messmedium durch Polymere nicht gewährleistet werden kann, müssen metallische Membranen eingesetzt werden. Abbildung 2.5 zeigt einen mediengetrennten Relativdrucksensor [Bec95], [Kad05].

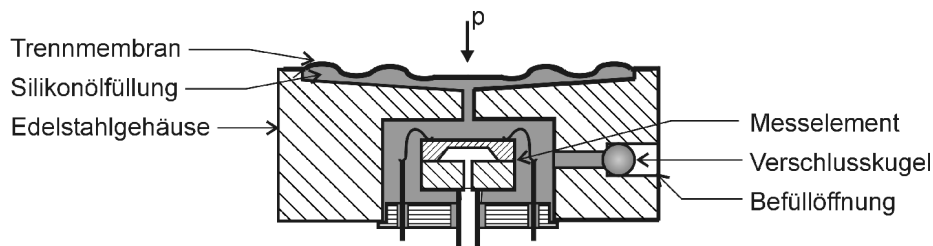


Abbildung 2.5: Mediengetrennter piezoresistiver Relativdrucksensor

Das Messelement ist aufgestielt, die Einwirkung des Bezugsdrucks erfolgt von der Rückseite. Die Oberseite des Drucksensorelements befindet sich in einer inerten Flüssigkeit, die elektrisch hochisolierend ist. Die Trennung zwischen diesem inerten Füllmedium und dem Messmedium erfolgt durch eine Metallmembran. Sie ist in der Lage, die aufgrund der unterschiedlichen Temperatúrausdehnungskoeffizienten von Gehäuse und Füllmedium entstehenden Volumenschwankungen auszugleichen und den Druck des Messmediums in das Innere des Drucksensors einzuleiten.

Das am häufigsten verwendete Füllmedium ist Silikonöl. Sein Temperatúrausdehnungskoeffizient beträgt das 19-fache des Gehäusewerkstoffs Edelstahl, so dass es bei Temperaturerhöhung aufgrund der Auslenkung der Trennmembran zu einem Anstieg des Drucks im Sensorgehäuse kommt. In Tabelle 2.4 und im Anhang A sind die Eigenschaften dieser Sensorgehäusebauform zusammengefasst.

Tabelle 2.4: Überblick über die Eigenschaften ölgefüllter Messzellen

Bauform	Drucksensor, Messzelle
Nenndruckbereich, Druckart	0 bis 200 bar, Absolutdruck, Relativdruck
Messunsicherheit	0,1 bis 0,5 %FS
typische Messmedien	Vorderseite: beliebig mit Ausnahme starker Säuren Rückseite: Luft, Industrieluft
Baugröße	4,25 cm ²
Gehäusewerkstoff	Edelstahl, z. B. 1.4435
Ausgangssignal	Signal der Messbrücke
typischer Einsatzort	Maschinenbau, Prozessmesstechnik
typische Kosten (Einzelexemplare)	85,- €

Vorteil dieser Gehäusekonstruktion ist die hohe Medienresistenz. Der Fertigungsaufwand für das Gehäuse ist jedoch wesentlich größer als bei den zuvor beschriebenen Sensoren ohne Medientrennung.

2.1.5 Mediengetrennter Differenzdrucktransmitter

Zur Messung eines Differenzdrucks bei beidseitiger Einwirkung aggressiver Medien ist eine beidseitige Medientrennung mit Metallmembran notwendig. Abbildung 2.6 zeigt eine entsprechende Sensorkonstruktion [Pfe89], [Mat95].

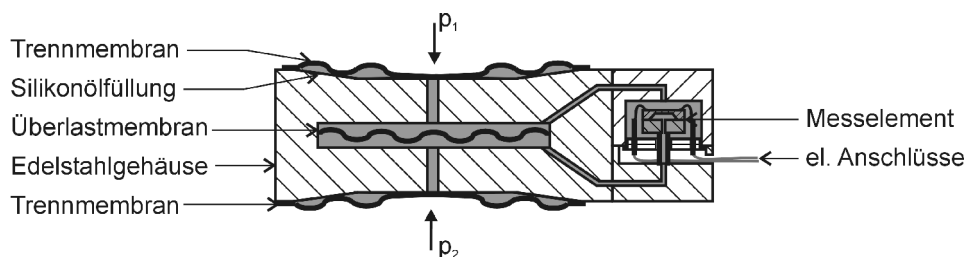


Abbildung 2.6: Mediengetrennter Differenzdrucksensor mit Überlastschutz

Die Druckeinleitung erfolgt jeweils über eine Trennmembran und ein Füllmedium auf das Messelement. Der anliegende statische Druck kann das Hundertfache des Differenzdrucks überschreiten. Durch eine zusätzliche Membran im Inneren des Sensorgehäuses wird die Überlastfestigkeit gewährleistet: Die äußere Membran, auf die der zu hohe Druck wirkt, legt sich am Membranbett an, da die innere Membran ausgelenkt wird und das Füllmedium auf die Seite des niedrigeren Drucks strömt. Da die Druckleitung verschlossen ist, wird ein weiterer Druckanstieg am Messelement verhindert, so dass es nicht zerstört wird. In der Prozessmesstechnik werden solche Messzellen mit angepasster Signalverarbeitung angeboten, die statische Mess-

fehler kompensieren und das Messsignal als analoges oder digitales Standardsignal ausgeben. In Tabelle 2.5 und im Anhang A sind die Eigenschaften dieser Differenzdrucktransmitter zusammengefasst.

Tabelle 2.5: Überblick über die Eigenschaften mediengetrennter Differenzdrucktransmitter

Bauform	Mediengetrennter Differenzdrucktransmitter
Nenndruckbereich, Druckart	10 mbar bis 100 bar, Differenzdruck bis 630 bar statischer Druck
Messunsicherheit	0,04 % bis 0,1 %FS
typische Messmedien	beliebig mit Ausnahme starker Säuren
Baugröße	2000 cm ²
Gehäusewerkstoff	Edelstahl, z. B. 1.4435
Ausgangssignal	Standartsignal: 4 bis 20 mV, Hart-Bus, Fieldbus, Profibus PA
typischer Einsatzort	Prozessmesstechnik
typische Kosten (Einzelexemplare)	700,- €

Differenzdruckzellen dieser Bauart weisen bei maximal möglicher Medienresistenz ein hochwertiges Messsignal bezüglich Messfehler und Langzeitstabilität auf. Eine angepasste Signalverarbeitung ist in das Gesamtsystem, den Drucktransmitter, integriert. Die Beschaffungskosten treten bei diesem Investitionsgut in den Hintergrund.

2.2 Miniaturisierung von mediengetrennten Drucksensoren

Die Beispiele der Drucksensoren zeigen, dass für einen langzeitstabilen, medienresistenten Schutz des Messelements ein hoher technischer Aufwand notwendig ist. Nur durch eine Medientrennung ist eine Druckmessung mit piezoresistiven Messelementen in aggressiven Medien möglich. Der dafür notwendige Bauraum und die vergleichsweise hohen Kosten schränken die Einsetzbarkeit mediengetrennter Sensoren auf wenige Marktsegmente ein.

Am Institut für Elektromechanische Konstruktionen der Technischen Universität Darmstadt wurde ein neuartiges Konzept für miniaturisierte mediengetrennte Druck und Differenzdrucksensoren entwickelt. Zur Gewährleistung der Medienresistenz wird die Bauform der ölgefüllten Messzelle übernommen. Durch konsequente Miniaturisierung und Funktionsintegration wird der Bauraum reduziert. Es kommen bevorzugt Fertigungsverfahren in Parallelprozessen zum Einsatz, um Kosten einzusparen. Abbildung 2.7 zeigt ein Schnittbild des Labormusters und die Musteransicht in der Ausführung als Differenzdrucksensor [Sin04], [Oho01].

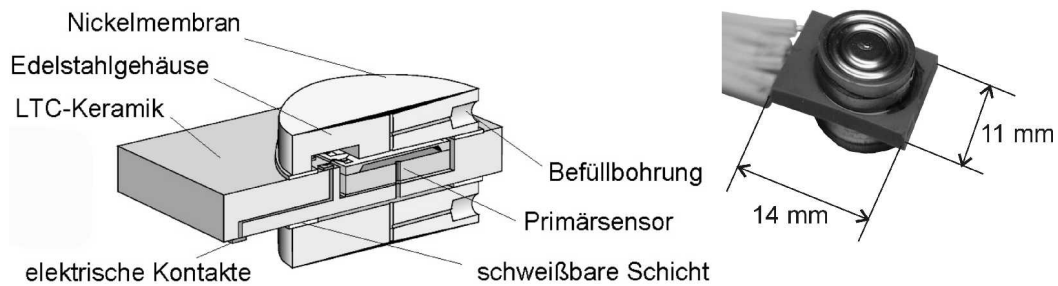


Abbildung 2.7: Schnittbild und Musteransicht des miniaturisierten mediengetrennten Differenzdrucksensors

Das Sensorgehäuse besteht aus LTC-Keramik, einer gesinterten Schichtkeramik, und den Membranträgern aus Edelstahl. In die LTC-Keramik ist das Sensorelement mit einem Silikonkautschukkleber eingebaut und über Bonddrähte elektrisch kontaktiert. Der Schichtaufbau der Keramik ermöglicht es zudem, elektronische Schaltungen zur Signalverarbeitung in Dickschichttechnologie zu integrieren.

Zur Herstellung der Trennmembranen aus Nickel kommt ein neuartiges Verfahren der Galvanoformung zum Einsatz. Die Trennmembran mit einem Durchmesser von 9,5 mm wird durch Galvanoformung direkt auf das Membranbett galvanisch abgeschieden. Das Verfahren ermöglicht die Membranherstellung im Parallelprozess [Oho00]. Die Übertragung des Drucks erfolgt über eine Silikonölfüllung.

Der Nachweis der Funktionstüchtigkeit wurde durch Messungen an Labormustern erbracht.

2.3 Zielstellung der Arbeit

Das Konzept eines miniaturisierten mediengetrennten Drucksensors wird im Rahmen des Verbundprojekts MATCHDRUCK fortgeführt. Unter Einbeziehung von Sensorherstellern, Zulieferern, Nutzern und Forschungsinstituten erfolgt die Weiterentwicklung mit dem Ziel eines marktrelevanten Prototyps.

Im Rahmen der Entwicklung wird ein Defizit an physikalischen Modellen für miniaturisierte mediengetrennte Drucksensoren und Optimierungsverfahren zur Auslegung galvanisch abgeschiedener Trennmembranen aufgezeigt.

Schwerpunkt dieser Arbeit ist das Erstellen eines statischen Modells flüssigkeitsgefüllter Drucksensoren und der Entwurf optimierter Trennmembranen unter Berücksichtigung der besonderen Anforderungen des Fertigungsverfahrens der Galvanoformung. Die Ergebnisse werden anhand von Mustern beschrieben, die im Projekt MATCHDRUCK aufgebaut wurden [Blo02], [Woh05].

Die Arbeit umfasst folgende Zielstellungen:

- Erstellen eines quasistatischen Sensormodells für flüssigkeitsgefüllte Drucksensoren zur Auslegung der Gehäusegeometrie und Ableitung der Anforderungen an das Übertragungsverhalten der Trennmembran.
- Beschreibung der Trennmembran mit einem umfassenden analytischen Modell.
- Darstellung eines Verfahrens auf Basis der nichtlinearen Regression zur Ableitung und Erweiterung des analytischen Modells aus den Resultaten von numerischen FEM-Simulationen.
- Untersuchung der Nickelsulfamatgalvanik zur Bestimmung der Technologiegrößen: innere mechanische Spannungen, Elastizitätsmodul, Hermetizität dünner Schichten.
- Entwicklung eines Prozessmodells der galvanischen Abscheidung für schnelle und optimierte Einstellung der Abscheidungsparameter.
- Optimierungsverfahren für die Geometrie von Trennmembranen zur Anpassung des Übertragungsverhaltens unter Berücksichtigung der besonderen Anforderungen durch das Fertigungsverfahren der Galvanoformung.
- Verifizierung des Optimierungsverfahrens durch die messtechnische Charakterisierung von Musteraufbauten.

Durch dieses Entwurfswerkzeug wird es möglich, Gehäuse und Trennmembranen für flüssigkeitsgefüllte Drucksensoren optimiert auszulegen. Die Berechnung der Trennmembranen ist sowohl für konventionell gefertigte als auch galvanogeformte Trennmembranen möglich. Durch die Entwurfsgrundlagen und die Charakterisierung des galvanischen Prozesses werden die Grundlagen für die Weiterentwicklung galvanogeformter Trennmembranen bereitgestellt.

3 Statisches Übertragungsmodell flüssigkeitsgefüllter Drucksensorgehäuse

Der Entwurf flüssigkeitsgefüllter Drucksensorgehäuse, wie sie in Abbildung 2.5, 2.6 und 2.7 dargestellt sind, basiert auf physikalischen Modellen des Gehäuses, die das statische und dynamische Verhalten beschreiben. Quantifiziert werden diese Modelle durch die werkstofftechnischen Daten der Gehäusematerialien und geometrische Vorgaben der Konstruktion. Abbildung 3.1 fasst den Entwurfsprozess zusammen.

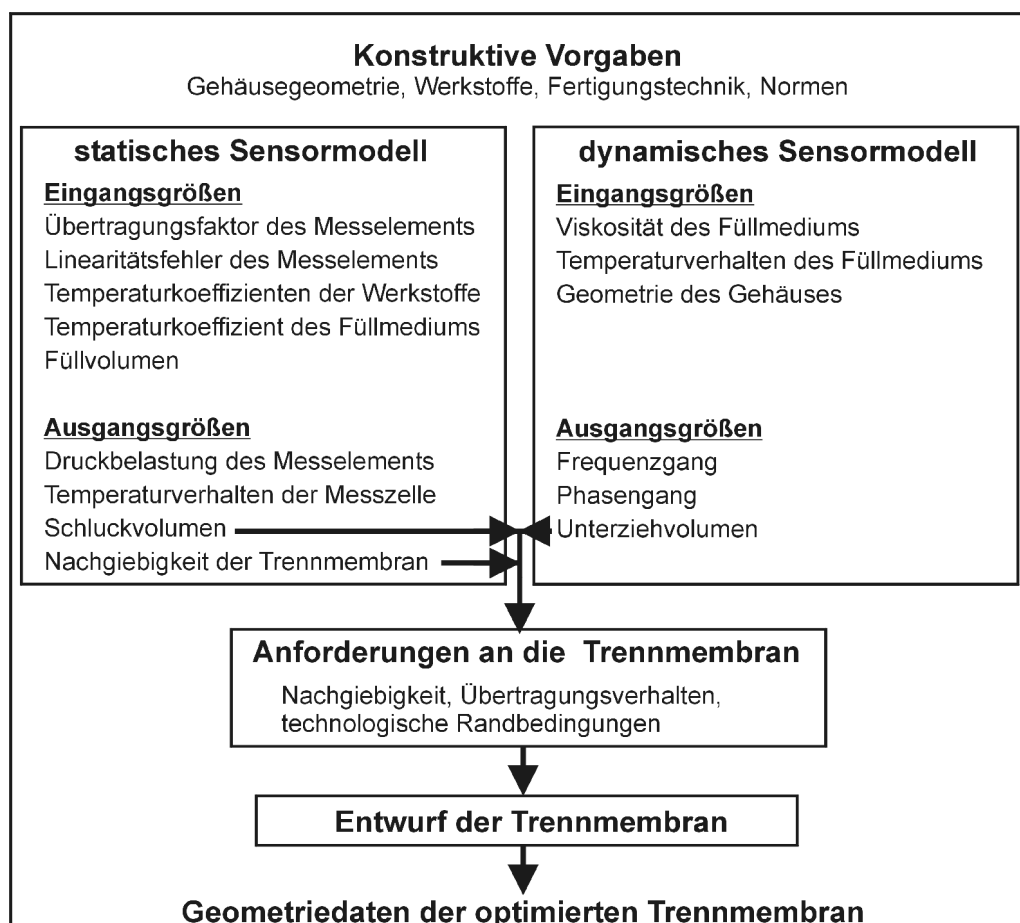


Abbildung 3.1: Entwurfsprozess flüssigkeitsgefüllter Drucksensoren und Ableitung der Anforderungen an die Trennmembran

Auf der Grundlage des dynamischen und statischen Modells erfolgt der Entwurf des Sensorgehäuses. Die konstruktiven Vorgaben schränken den gesamten Lösungsraum ein. Die Trennmembran wird vereinfacht als akustische Nachgiebigkeit N_a beschrieben. Ihre exakte Auslegung erfolgt nach Ableitung der an sie gestellten Anforderungen aus den Sensormodellen in Kapitel 4 und 5 unter Berücksichtigung technologischer Randbedingungen.

3.1 Statisches Übertragungsmodell des Absolut- und Relativdruckgehäuses

Das statische Übertragungsmodell beschreibt das Temperatur- und Druckverhalten des Sensorgehäuses. Im gesamten Temperaturbereich muss die Funktion des Drucksensors gewährleistet sein. Die Grenzen von Temperaturkoeffizienten und Fehlern müssen eingehalten werden. Das Messelement wird zusammen mit seiner Befestigung und Kontaktierung als ein Funktionselement angesehen, dessen Verhalten durch Koeffizienten und Fehler beschrieben wird. Für einen ersten Ansatz kann es als ideal angenähert werden [Oho01], [Mat95].

Das Temperaturverhalten wird durch die Temperatúrausdehnungskoeffizienten der verwendeten Gehäusewerkstoffe und des Füllmediums bestimmt. Abbildung 3.2 beschreibt die Grundlagen der Berechnung.

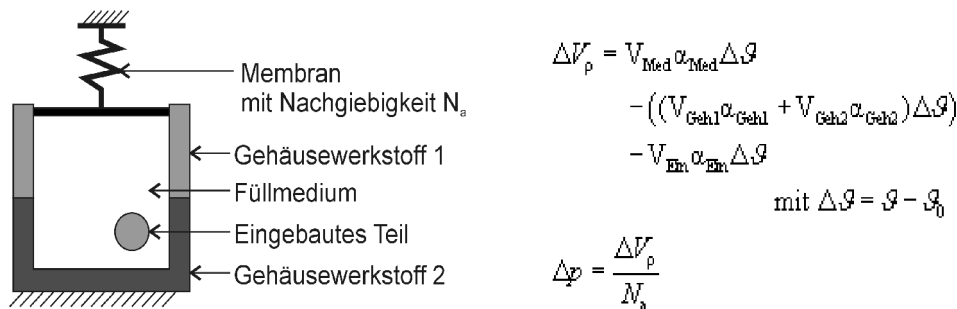


Abbildung 3.2: Statisches Modell des Temperaturverhaltens eines ölgefüllten Absolutdrucksensors

Bei der Verwendung verschiedener Gehäusewerkstoffe erfolgt die Aufteilung anteilig am Innenvolumen des jeweiligen Bauteils V_{Geh1} , V_{Geh2} . Bei Bauteilen, die sich wie das Drucksensorelement im Ölvolumen befinden, wird das verdrängte Ölvolumen V_{ein} berücksichtigt. Die Temperaturkoeffizienten α sind auf das Volumen bezogen. Die Membran wird als akustische Nachgiebigkeit N_a beschrieben.

Das statische Modell beschreibt den temperaturabhängigen Druckanstieg Δp im Gehäuseinneren aufgrund der Volumina V und unterschiedlicher Temperaturkoeffizienten α von Füllmedium und Gehäusewerkstoffen in Abhängigkeit der akustischen Membrannachgiebigkeit N_a . Der

3.1 Statisches Übertragungsmodell des Absolut- und Relativdruckgehäuses

volumenbezogene Temperatúrausdehnungskoeffizient α der gebräuchlichsten Füllmedien, wie Silikonöl oder Pflanzenöle, ist um mindestens das 19-fache größer als der von Edelstahl. Damit bewirkt die Ausdehnung des Füllmediums den maßgeblichen Temperatureffekt.

Bei Druckbeaufschlagung im Bereich von Mitteldrücken bis 25 bar kann das Gehäuse als starr angenommen werden [Sto06]. Diese Annahme ist notwendig, weil die Nachgiebigkeit der Trennmembran auch als druckunabhängig angesehen wird. Die druckabhängige Volumenänderung wird durch Gleichung 3.1

$$\Delta V_p = V_{\text{Med}} K_{\text{adMed}} \Delta \vartheta + A_{\text{DSP}} \frac{1}{3} \xi_{\text{DSP}} \quad (3.1)$$

beschrieben. Durch den Druck erfolgt eine Verringerung des Volumens des Füllmediums abhängig vom adiabatischen Kompressionskoeffizienten K_{adMed} und eine Auslenkung der Messplatte des Drucksensorelements x_{DSP} .

Abbildung 3.3 zeigt anteilig die Volumeneffekte des statischen Verhaltens anhand des im Verbundprojekt MATCHDRUCK entwickelten Absolutdrucksensors.

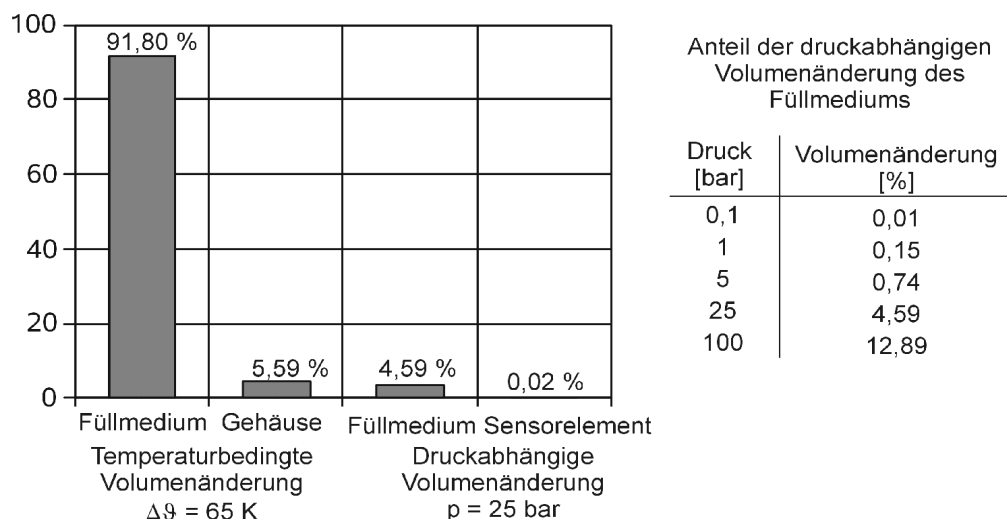


Abbildung 3.3: Anteile der temperatur- und druckabhängigen Volumenänderung am Beispiel eines miniaturisierten Absolutdrucksensors

Der entscheidende Volumenanteil ist die Ausdehnung des Füllmediums Silikonöl. Er ist gegenüber den anderen Volumeneffekten so dominierend, dass er alleine zur Auslegung des Sensorgehäuses genutzt werden kann. Die Auslenkung der Silizium-Messplatte ist von untergeordneter Bedeutung.

Abbildung 3.4 zeigt das vollständige Blockschaltbild des quasistatischen Modells eines flüssigkeitsgefüllten Drucksensors.

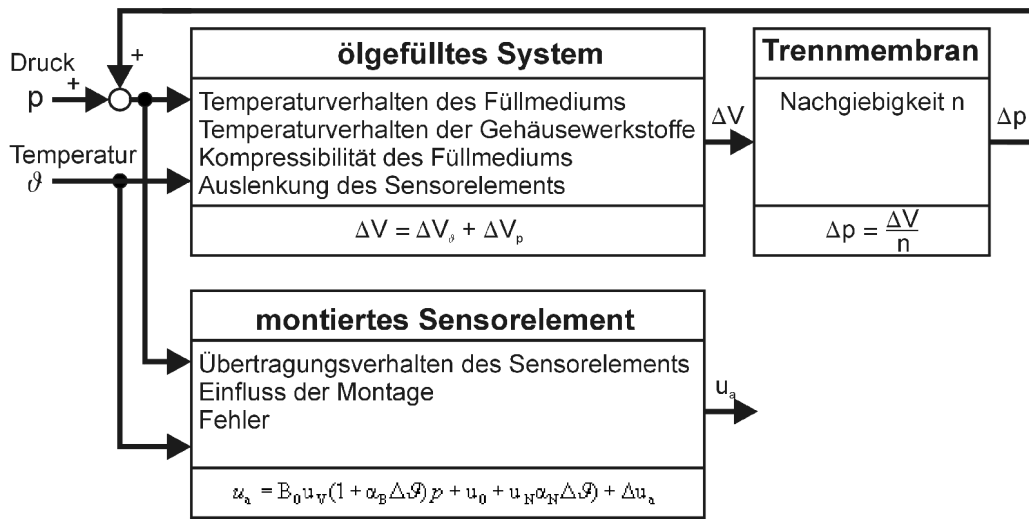


Abbildung 3.4: Blockschaltbild eines flüssigkeitsgefüllten Absolutdrucksensors

Die Komplexität, die durch die rückgekoppelte Struktur entsteht, kann mit geringen Einbußen der Aussagekraft reduziert werden. Der temperaturabhängige Einfluss dominiert das Verhalten des Sensorgehäuses, wie Abbildung 3.3 beschreibt. Bei niedrigen Messdrücken < 5 bar haben die druckabhängigen Volumeneffekte im Sensorgehäuse einen Anteil von unter 1 % und können vernachlässigt werden. Der durch die Membranauslenkung hervorgerufene Druck Δp unterschreitet diese geringen Messdrücke noch erheblich. Selbst wenn er im Bereich von 1 bar liegt, hat er einen Anteil an der Volumenänderung von 0,15%. Seine Rückwirkung auf das Sensorgehäuse, die durch die Rückkopplung beschrieben wird, kann vernachlässigt werden.

Das Druckübertragungs- und Temperaturverhalten eines Sensors wird durch den Übertragungsfaktor B_0 , die Offsetspannung u_0 und die Temperaturkoeffizienten α bestimmt. Mit Hilfe des Sensormodells aus Abbildung 3.4 ist es möglich, diese Koeffizienten für das Sensorgesamt-system zu bestimmen. Dabei liegt das nicht rückgekoppelte System zu Grunde. Zusätzlich wird noch ein Druck p_{vor} eingeführt, der, z.B. aufgrund von Fehlern bei der Befüllung, im Sensorgehäuse herrscht. Das Übertragungsverhalten des flüssigkeitsgefüllten Sensors lautet:

$$u_s = \underbrace{B_0 (1 + \alpha_B \Delta \theta)}_{\text{Übertragungsfaktor}} \left(\frac{\Delta V_p}{N_a} + p \right) + \underbrace{B_0 (1 + \alpha_B \Delta \theta)}_{\text{Offsetspannung}} \left(\frac{\Delta V_p}{N_a} + p_{\text{vor}} \right) + \underbrace{u_0 (1 + \alpha_N \Delta \theta) + \Delta u_s}_{\text{Fehler}} \quad (3.2)$$

Der Einfluss des Druckabfalls über der Trennmembran, der zusätzlich zum Druck p wirkt, ist klein und kann bei niedrigen Drücken vernachlässigt werden. Der Übertragungsfaktor B_0 verändert sich gegenüber dem ungehäusten Sensorelement kaum.

3.1 Statisches Übertragungsmodell des Absolut- und Relativdruckgehäuses

Die Offsetspannung des flüssigkeitsgefüllten Sensorsystems setzt sich aus der Offsetspannung des Sensorelements u_0 und, über den Übertragungsfaktor des Messelements B_0 wirkend, aus dem Vordruck p_{vor} und dem Druck $D p$, der aus der Auslenkung der Trennmembran durch die Flüssigkeitsausdehnung resultiert, zusammen.

Das Modell des flüssigkeitsgefüllten Drucksensors lässt unter Nutzung linearer Koeffizienten keine Vorausberechnung des Sensorfehlers zu. Durch Verwendung nichtlinearer Koeffizienten ist die Berechnung von Linearitätsfehlern möglich. Dies ist nur bei der Betrachtung des Auslenkungsverhaltens der Trennmembran aufgrund seines großen Einflusses auf das Offsetverhalten sinnvoll, falls dieses linearisiert werden soll.

Einen Fehler wie beim Übertragungsverhalten des Messelements anzugeben, ist aus dem physikalischen Modell heraus nicht möglich, da es nur ein idealisiertes Verhalten beschreibt. Die Fehlerquellen aufgrund von Verspannungen der Werkstoffe und Kriechen werden nicht berücksichtigt. Anhand von Musteraufbauten und Messungen kann durch das LENK' sche Fehlermodell der Gesamtfehler des Sensorsystems detailliert beschrieben werden [Len89].

Tabelle 3.1 fasst das Übertragungsverhalten eines flüssigkeitsgefüllten Absolutdrucksensors in Form eines Übertragungsfaktors und einer Offsetspannung zusammen. Die Koeffizienten werden von Materialparametern und geometrischen Abmessungen mitbestimmt.

Tabelle 3.1: Übertragungsverhalten flüssigkeitsgefüllter Absolutdrucksensoren

Übertragungsverhalten des Sensorsystems: $u_a = B_{0\text{Sens}} p + u_{0\text{Sens}} D J$	
Übertragungsfaktor des Sensorsystems $B_{0\text{Sens}} =$	Anmerkung
$B_0 u_v (1 + \alpha_B \Delta \vartheta) \left(1 - \frac{V_{\text{Med}} K_{\text{adMed}} p}{N_a} \right) p$	Das Übertragungsverhalten des Messelements B_0 ist bestimmend.
Offsetspannung des Sensorsystems $u_{0\text{Sens}} =$	Anmerkung
$u_0 + u_N \alpha_N \Delta \vartheta$ $+ B_0 u_v (1 + \alpha_B) \left(\frac{V_{\text{Med}} \alpha_{\text{Med}} - V_{\text{Geh}} \alpha_{\text{Geh}} + V_{\text{Ein}} \alpha_{\text{Ein}}}{N_a} \right) \Delta \vartheta$ $+ B_0 u_v (1 + \alpha_B) p_{\text{vor}}$	Der Druck im Sensorgehäuse, der sich zur Auslenkung der Membran aufbaut, bestimmt über den Übertragungsfaktor B_0 das temperaturabhängige Offsetverhalten. Der Vordruck im Gehäuse p_{vor} wirkt auf ähnliche Weise.

3.2 Statisches Übertragungsmodell des Differenzdruckgehäuses

Für den Differenzdrucksensor muss das Modell des Gehäuses entsprechend Abbildung 3.4 um ein zweites flüssigkeitsgefülltes System erweitert werden. Die Rückkopplung bleibt unberücksichtigt. Abbildung 3.5 zeigt das resultierende Blockschaltbild [Oho01], [Mat95].

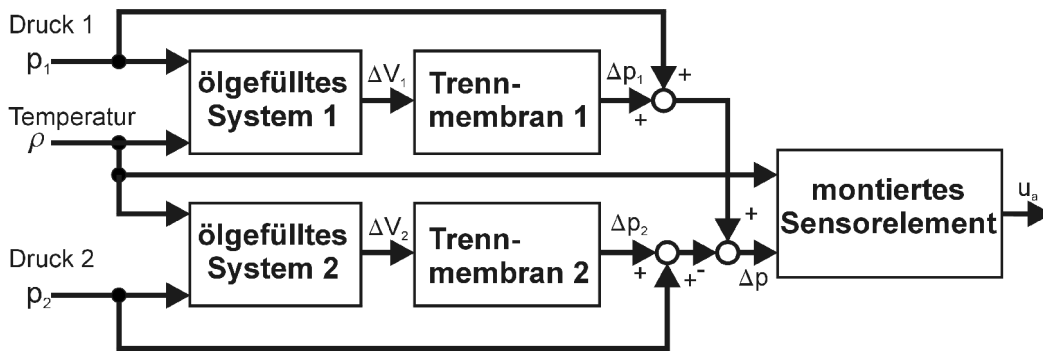


Abbildung 3.5: Blockschaltbild des statischen Verhaltens eines flüssigkeitsgefüllten Differenzdrucksensors

Gleichung 3.3 beschreibt das temperatur- und druckabhängige Verhalten des Differenzdrucks. Aufgrund der symmetrischen Konstruktion ist eine gegenseitige Kompensation der Drücke D_{p1} und D_{p2} sowie der Vordrücke p_{1vor} und p_{2vor} im Idealfall möglich.

$$\Delta p = p_1 + \Delta p_1 + p_{1vor} - (p_2 + \Delta p_2 + p_{2vor}) \quad (3.3)$$

Tabelle 3.2 fasst das quasistatische Übertragungsverhalten eines flüssigkeitsgefüllten Differenzdrucksensors zusammen. Die Koeffizienten werden wie beim Absolutdrucksensor von Materialparametern und geometrischen Abmessungen mitbestimmt.

Tabelle 3.2: Übertragungsverhalten flüssigkeitsgefüllter Differenzdrucksensoren

Übertragungsverhalten des Sensorsystems: $u_a = B_{0Sens} D p + u_{0Sens} D j$	
Übertragungsfaktor des Sensorsystems $B_{0Sens} =$	Anmerkung
$B_0 u_v (1 + \alpha_B \Delta \vartheta) \left(1 - \left(\frac{V_{Med1} p_1}{N_{a1}} - \frac{V_{Med2} p_2}{N_{a2}} \right) K_{adMed} \right) \Delta p$	Das Übertragungsverhalten des Messelements B_0 ist bestimmend.
Offset des Sensorsystems $u_{0Sens} =$	Anmerkung
$ \begin{aligned} & u_0 + u_N \alpha_N \Delta \vartheta \\ & + B_0 u_v (1 + \alpha_B) \left(\left(\frac{V_{Med1} p_1}{N_{a1}} - \frac{V_{Med2} p_2}{N_{a2}} \right) \alpha_{Med} \right) \Delta \vartheta \\ & + \left(- \left(\frac{V_{Geh1} p_1}{N_{a1}} - \frac{V_{Geh2} p_2}{N_{a2}} \right) \alpha_{Geh} + \left(\frac{V_{Ein1} p_1}{N_{a1}} - \frac{V_{Ein2} p_2}{N_{a2}} \right) \alpha_{Ein} \right) \Delta \vartheta \\ & + B_0 u_v (1 + \alpha_B) \left(\left(\frac{V_{Med1} p_1}{N_{a1}} - \frac{V_{Med2} p_2}{N_{a2}} \right) K_{Med} \right) p_2 \\ & + B_0 (1 + \alpha_B) (p_{vor1} - p_{vor2}) \end{aligned} $	Neben dem Offset des Messelements u_0 wirken die inneren Drücke der beiden ölgefüllten Systeme. Abhängig von der Temperatur, dem statischen Druck p_2 und den Vordrücken p_{1vor} und p_{2vor}

Im dynamischen Lastfall kann es bei hochfrequenter Druckbeaufschlagung aufgrund von Laufzeitunterschieden zu einer kurzzeitigen Überlastung und Zerstörung des Druckmesselementes kommen. Die Druckmesselemente von Differenzdrucksensoren in der Prozessmesstechnik werden durch einen akustischen Tiefpass und eine zusätzliche Überlastmembran vor Zerstörung geschützt [Pfe89]. Um diesen konstruktiven Aufwand zu vermeiden, müssen durch Anpassung der Druckzuleitungen die Laufzeiten zu den beiden Seiten des Sensorelements aufeinander abgestimmt werden. Die Auslegung eines akustischen Tiefpasses, um kleine Laufzeitunterschiede zu kompensieren, erfolgt mit Hilfe der Netzwerktheorie [Oho01].

3.3 Modell des dynamischen Sensorverhaltens

Das dynamische Verhalten flüssigkeitsgefüllter Drucksensoren wird eingehend in der parallel bearbeiteten Dissertation von Sindlinger untersucht [Sin07]. Die Beschreibung erfolgt mit Hilfe des Netzwerkmodells, dessen Vorteil in der einfachen Zusammenführung von mechanischen und akustischen Bauteilen liegt. Das Sensorgehäuse wird zur Modellbildung aus folgenden Bauteilen modelliert [Len73], [Len00]:

- Hohlräume bilden die akustischen Nachgiebigkeiten,
- Leitungen bilden akustische Reibungen,
- Volumenverschiebungen in Leitungen bilden die akustischen Massen.

Die Temperaturabhängigkeit der Viskosität des Füllmediums wird mit berücksichtigt.

Maßgeblichen Einfluss auf den Frequenzgang des ölgefüllten Sensorsystems hat das Ölvolumen zwischen Trennmembran und Membranbett und die akustische Reibung der Trennmembran. Wesentliche Aussagen der Modellbildung und Messungen von Sindlinger sind [Sin07]:

- Das Ölvolumen zwischen Trennmembran und Membranbett bestimmt das Übertragungsverhalten maßgeblich. Eine Zunahme des Ölvolumens verringert die Grenzfrequenz.
- Die Modelbildung dieses Bauteils ist nur mit verteilten Bauelementen möglich.
- Die Vergrößerung der akustischen Reibung der Trennmembran verschiebt die Knickfrequenz des Tiefpassverhaltens in Richtung niedrigerer Frequenzen.
- Das dynamische Verhalten der Ölleitungen und Hohlräume wird durch ein PT_2 -Glied angenähert. Durch Vergrößern der Durchmesser der Ölleitungen erhöht sich die Resonanzfrequenz und Resonanzüberhöhung.
- Die Viskosität des Silikonöls und die Temperaturänderungen beeinflussen die Resonanzüberhöhungen, nicht die Knick- und Resonanzfrequenzen.

Bei der Druckmessung in flüssigen Medien muss bei der Betrachtung des dynamischen Verhaltens die Anschlussleitung und der Prozessanschluss mitberücksichtigt werden. In diesen Bauteilen kann eine größere Menge an Flüssigkeit als im Drucksensor enthalten sein, die das dynamische Sensorverhalten mit beeinflussen.

Für eine exakte Auslegung sind die Ergebnisse aus der Dissertation von Sindlinger anzuwenden [Sin07].

3.4 Richtlinien für Gehäusekonstruktion und Membranentwurf

Mit Hilfe der Modelle für flüssigkeitsgefüllte Sensoren und aufgrund von konstruktiven Vorgaben erfolgt die Quantifizierung der Entwurfparameter des Sensorgehäuses und die Ableitung von Anforderungen an das Übertragungsverhalten der Trennmembran. Der Entwurf der Trennmembran erfolgt als Optimierungsaufgabe, bei der unter Einhaltung konstruktiver Vorgaben die gestellten Anforderungen erreicht werden sollen.

3.4.1 Zielgrößen des Übertragungsverhaltens

Den größten Einfluss hat das flüssigkeitsgefüllte Sensorgehäuse auf die Offsetspannung u_0 und ihren Temperaturkoeffizienten α_0 . Das Temperaturverhalten des Füllmediums ist der dominierende Effekt. Der Volumenzuwachs ΔV und die Nachgiebigkeit N_a der Membran bestimmen maßgeblich den temperaturbedingten Druckanstieg Δp im Sensorgehäuse. Bei niedrigen Druckbereichen von 100 mbar liegt der Druckanstieg Δp in der Größenordnung des Nenn-drucks p_N . Für die Auslegung hat sich eine Obergrenze von $\Delta p < \frac{1}{2} p_N$ bewährt. Ein großer temperaturinduzierter Druckanstieg im Sensorgehäuse, $\Delta p > p_N$, führt zum Einsatz unempfindlicherer Messelemente.

Theoretisch ist eine Kompensation eines großen Temperaturkoeffizienten der Offsetspannung möglich. Durch die mechanische Auslenkung der Trennmembran und dem Einsatz eines unempfindlicheren Messelements ist ein Anstieg zufälliger Messfehler und des Hystereseverhaltens zu erwarten.

Der Vordruck p_{vor} , der aufgrund des Befüllvorgangs im Sensorgehäuse herrscht, muss gegen 0 reduziert werden.

Bei der Anordnung als Differenzdrucksensor ist auf die Gleichheit der beiden ölgefüllten Teilsysteme bei Flüssigkeitsvolumen und Membrannachgiebigkeiten zur Kompensation des Druckanstiegs zu achten.

Im Druckbereich < 25 bar können die Effekte aufgrund der Kompression des Öls sowie der Druckabfall über der Trennmembran, vernachlässigt werden.

Aus dem statischen Sensormodell werden für das Membranverhalten, das mit der Nachgiebigkeit N_a auf die wichtigste Eigenschaft reduziert ist, die Anforderungen abgeleitet. Dies sind Nachgiebigkeit, Linearitätsfehler und Hysteresefehler.

Im gesamten Temperaturbereich muss die Funktion des flüssigkeitsgefüllten Drucksensors gewährleistet sein. Bei niedrigen Temperaturen darf die Trennmembran durch die Verringerung des Flüssigkeitsvolumens nicht am Membranbett anliegen, da dies die Druckeinleitung in das Füllmedium verfälscht. Die Auslegung der Grenzfrequenz erfolgt ebenfalls in diesem Zustand, da das Füllmedium die höchste Viskosität aufweist und das Unterziehvolumen zwischen Membran und Membranbett am geringsten ist. Soll das Drucksensorgehäuse als akustischer Tiefpass wirken, muss eine Betrachtung der Grenzfrequenz bei maximaler Betriebstemperatur erfolgen, da die Viskosität des Füllmediums am niedrigsten und das Unterziehvolumen am größten ist.

3.4.2 Skalierungseffekte bei der Miniaturisierung von Sensorgehäusen

Bei der Miniaturisierung von Drucksensorgehäusen treten aufgrund unterschiedlichen Skalierungsverhaltens geometrischer und elastomechanischer Zusammenhänge besondere Schwierigkeiten auf. Das Ölvolumen im Sensorgehäuse ist mit der 3. Potenz mit den linearen Geometriewerten, wie z.B. dem Membranradius R , verknüpft.

Die Untersuchung des Skalierungsverhaltens der Trennmembran erfolgt unter der Annahme der linearen Näherung [Len77]:

$$y_0 = \frac{R^4}{64 K} p \quad \text{mit} \quad K = \frac{h^3 E}{12 (1 - \mu^2)} \quad . \quad (3.4)$$

Die Auslenkung des Mittelpunkts einer Trennmembran ist mit der 4. Potenz mit dem Radius verknüpft. Die akustische Nachgiebigkeit der Trennmembran, die neben der Auslenkung des Membranmittelpunkts noch von der Grundfläche abhängig ist, weist eine Abhängigkeit der 6. Potenz vom Radius auf.

Da die akustische Nachgiebigkeit der Trennmembran mit der 6. Potenz mit dem Radius verknüpft ist und das Ölvolumen mit der 3. Potenz, muss bei der Miniaturisierung flüssigkeitsgefüllter Drucksensoren durch konstruktive Maßnahmen das Ölvolumen reduziert werden. Eine direkte Herabskalierung ist nicht möglich.

Die Reduzierung des Ölvolumens durch konstruktive Maßnahmen führt dazu, dass das Ölvolumen im Sensorgehäuse durch produktionstechnische Toleranzen entscheidend mitbestimmt wird. Dies zeigt sich in einer starken Schwankung der Temperaturkoeffizienten des Offsetverhaltens. Justagemaßnahmen zur Angleichung der Flüssigkeitsmenge im Sensorgehäuse sind aus produktionstechnischer Sicht zu vermeiden. Eine Kompensation der temperaturabhängigen, statischen Sensorfehler muss in der Messkette erfolgen.

3.4.3 Modell des Drucksensors im Kontext der gesamten Messkette

Der Einsatz ölgefüllter Messzellen erfolgt immer im Kontext der Messkette, die in Abbildung 2.1 gezeigt wird. Sekundär- und Primärelektronik sind häufig in einem Signalwandlerbaustein zusammengefasst. Durch den Einsatz von abstimmbaren Verstärkern und von Digitaltechnik ist es möglich, Linearitätsfehler und Temperaturverhalten zu kompensieren [Lot04]. Die Kompensation erfolgt mit Funktionen zweiten oder höheren Grades oder durch die Ablage von Kennlinienfeldern. Damit ist eine weitgehende Kompensation statischer Fehler möglich, die ein stetiges Verhalten aufweisen. Durch eine Tiefpassfilterung wird der Einfluss des Signalrauschens reduziert.

Unkompensierbar bleiben unstetiges Verhalten wie Hysterese und zufällige Fehler im Frequenzbereich des Messsignals. Große statische Fehler führen zu großen mechanischen Ausschlägen, die zur Zunahme von zufälligen Fehlern führen [Kuh01]. Die Verwendung aktiver Komponenten in Form elektromechanischer Wandler zum Ausgleich von statischen Messfehlern führt ebenfalls zum Anstieg der zufälligen Messfehler.

Der flüssigkeitsgefüllte Drucksensor sollte deshalb zusammen mit der Sensorelektronik als Sensorsystem betrachtet werden. Die meisten flüssigkeitsgefüllten Drucksensoren, die auch einzeln als OEM-Zelle erhältlich sind, werden von den Herstellern zusammen mit einer angepassten Elektronik zur Fehlerkompensation als Drucktransmitter angeboten. Durch ein standardisiertes Ausgangssignal des Drucktransmitters ist die Weiterverarbeitung der Messdaten vereinfacht. In der Prozessmesstechnik, die die höchsten Anforderungen an das Messsignal stellt, sind nur Drucktransmittereinheiten handelsüblich [Pfe89], [Zah03].

3.4.4 Anforderungen und Abschätzung der Trennmembran

Aus dem Modell für flüssigkeitsgefüllte Drucksensoren lassen sich drei maßgebliche Anforderungen an das Übertragungsverhalten der Trennmembran ableiten:

- möglichst große akustische Nachgiebigkeit, so dass bei einem geringen Druckanstieg eine große Flüssigkeitsmenge aufgenommen wird,
- ein stetiges Auslenkungsverhalten ohne Hystereseeffekte,
- ein lineares Auslenkungsverhalten, das eine festgelegte Grenze des Linearitätsfehlers einhält.

Die letzte Anforderung ist von Bedeutung, wenn ein lineares Temperaturverhalten der Offsetspannung gefordert wird. Dabei ist zu berücksichtigen, dass eine Linearisierung des Auslenkungsverhaltens eine Reduzierung der Nachgiebigkeit bedingt. Zur Linearisierung des Membranverhaltens ist eine gewellte Membranform zu wählen [Dig82].

Neben dem Auslenkungsverhalten ist die Hermetizität eine entscheidende Anforderung, die abhängig vom gewählten Werkstoff die Mindestdicke der Membran bestimmt.

Weitere Anforderungen an die Trennmembran entstammen dem gewählten Herstellungsverfahren. Bei galvanisch abgeschiedenen Trennmembranen muss eine Konusform mit definierten Vorspannungen zusammenwirken, um die Membran im druckfreien Zustand auszulenken [Oho01], [Woh05].

Aus der Betrachtung handelsüblicher mediengefüllter Drucksensoren und den Versuchsmustern miniaturisierter Drucksensoren ergibt sich der in Tabelle 3.3 dargestellte Wertebereich der Materialkonstanten und Geometrieparameter. Im Rahmen dieser Arbeit sind viele Beispiele auf die Mittelwerte dieser Tabelle 3.3 bezogen [Bec95], [Oho01].

Tabelle 3.3: Bereich der für Trennmembranen interessanten Geometrie- und Materialparameter

Eigenschaft der Membran	Minimalwert	Mittelwert	Maximalwert
Radius [mm]	2,5	4,5	10
Dicke [μm]	5	25	50
Konustiefe [μm]	0	0	100
Wellenhöhe [μm]	0	0	200
Vorspannung [Mpa]	0	0	100
Elastizitätsmodul [Gpa]	100	200	300
Querkonztraktionszahl	0,25	0,3	0,35

Der Entwurfsprozess des Drucksensorgehäuses wird nicht zwangsläufig als ein gradliniger Prozess durchlaufen. Sobald aufgrund von Technologiegrenzen, z.B. beim Entwurf der Trennmembran, Zielwerte nicht erfüllbar sind, ist ein Rücksprung im Entwurfsprozess notwendig.

In den folgenden Kapiteln wird die Modellbildung der Trennmembran durchgeführt. Mit dem Modell können die geometrischen Parameter der Trennmembran so angepasst werden, dass das geforderte Sensorverhalten erzielt wird. Damit wird die Modellbildung des Sensorgehäuses

3 Statisches Übertragungsmodell flüssigkeitsgefüllter Drucksensorgehäuse

präzisiert, so dass das Übertragungsverhalten allein aus geometrischen Parametern und Werkstoffkennwerten vorausberechnet werden kann.

4 Analytische und numerische Beschreibung von Trennmembranen

Zur mathematischen Beschreibung von Trennmembranen werden im Rahmen dieser Arbeit zwei verschiedene Modelle genutzt: die Elastomechanik und die Simulation mit finiten Elementen.

Seit Anfang des 19. Jahrhunderts wurde in der Elastomechanik die Platten- und Scheibentheorie entwickelt, die das Verhalten von Platten und Schalen mit Hilfe von Differentialgleichungen beschreibt. Die Ergebnisse dieser Ansätze sind unter anderem in den Werken von ANDREEVA [And66], TIMOSHENKO [Tim40] und FEODOSEV [Feo49] zusammengefasst. Die Gleichungen besitzen einen allgemeingültigen Charakter in einem weitgefassten Gültigkeitsbereich. Durch Vereinfachungen bei der Modellbildung und den Näherungen bei der Lösung des Differentialgleichungssystems treten Abweichungen zum realen Verhalten auf. Insbesondere gestaltet sich die Modellbildung und das Lösen der Differentialgleichungen schwierig, sobald die Form der Membran von geometrischen Grundformen abweicht.

Die Berechnung komplexer geometrischer Formen wird durch die Finite-Elemente-Methode (FEM) ermöglicht. Erstmalige Anwendung fand die FEM 1956 [Trä98]. Durch die Entwicklungen in der Computertechnologie und anwenderorientierter Software erlebte das Verfahren in den 1970-er Jahren seinen Durchbruch in der breiten Anwendung. Es unterteilt mechanische Strukturen in diskrete Elemente, deren Verhalten durch relativ einfache elastomechanische Gesetzmäßigkeiten beschrieben wird. Die Interaktion der Elemente wird häufig unter Nutzung des Energieprinzips der Mechanik numerisch berechnet. Die Lösung hat keinen allgemeingültigen, sondern wertdiskreten Charakter, d. h., für spezielle Probleme auch komplexer geometrischer Formen wird eine numerische Lösung berechnet.

Eine weitere Möglichkeit zur Beschreibung von Trennmembranen bietet die Netzwerktheorie. Die Vorzüge der Netzwerkdarstellung liegen in der Möglichkeit, die Verknüpfung verschiedenartiger physikalischer Systeme, z.B. mechanischer, akustischer und elektrischer Teilsysteme, zu modellieren und durch konzentrierte Bauelemente darzustellen. Zur Beschreibung der Trennmembran ist diese Eigenschaft nicht notwendig, da es sich um ein rein mechanisches System handelt.

Um eine Betrachtung im nichtlinearen Bereich großer Auslenkungen durchzuführen, ist eine Modellbildung mit verteilten Parametern notwendig. Die Darstellung mit konzentrierten Parametern bildet nur ein lineares Verhalten ab und ermöglicht eine Abschätzung des dynamischen Membranverhaltens.

4.1 Grundlagen der Beschreibung von Trennmembranen mit Ansätzen der Elastomechanik

Trennmembranen, wie sie bei Drucksensoren zum Einsatz kommen, werden in der Elastomechanik durch ebene Flächentragwerke, wie es in Abbildung 4.1 gezeigt wird, beschrieben [Esc86], [Dan95].

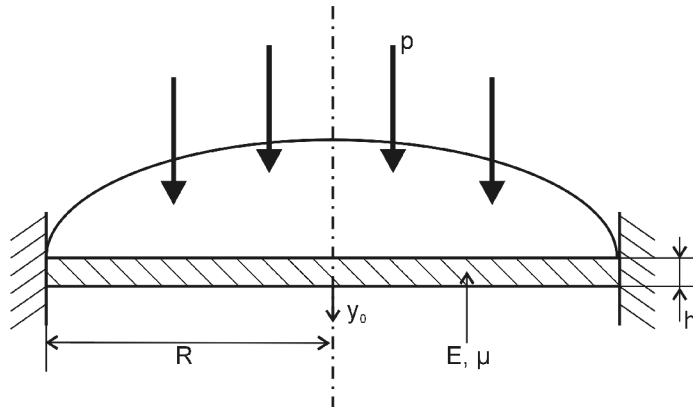


Abbildung 4.1: Kreisförmige Trennmembran als Flächentragwerk unter Flächenlast

Die Wandstärke des ebenen Flächentragwerks h ist gegenüber den anderen Abmessungen klein, Richtwert ist Faktor 10. Der Druck p wirkt als Flächenlast normal zur Oberfläche. Bei Trennmembranen kann von einer rotationssymmetrischen Geometrie mit dem Radius R und einer festen Einspannung an den Rändern ausgegangen werden. Die Materialeigenschaften des Flächentragwerks sind homogen und werden durch den Elastizitätsmodul E und die Querkontraktionszahl μ beschrieben.

Die auf das Flächentragwerk wirkende Flächenlast p wird in senkrecht und parallel zur Oberfläche wirkende Kräfte aufgeteilt.

Für Auslenkungen kleiner $1/3 h$ können die parallel zur Ebene wirkenden Kräfte, die eine Dehnung verursachen, vernachlässigt werden. In diesem Fall wird die Trennmembran als Platte modelliert. In Analogie zum TIMOSHENKO-Balken werden die Biegesteifigkeit des Flächentragwerks und seine Mittelpunktauslenkung y_0 beschrieben [And66]:

$$D = \frac{Eh^3}{12(1-\mu^2)} \Rightarrow y_0 = \frac{pR^4}{64D} \quad (4.1)$$

4.1 Grundlagen der Beschreibung von Trennmembranen mit Ansätzen der Elastomechanik

Für Auslenkungen größer $5h$ können die senkrecht zur Ebene wirkenden Kräfte vernachlässigt werden. In diesem Fall wird die Trennmembran als ideale Membran ohne Biegesteifigkeit und damit als Scheibe modelliert. Die Mittelpunktauslenkung wird von der Dehnung des Flächentragwerks bestimmt.

Die Auslenkung der Trennmembranen liegt in einem Bereich, der größer als $1/3h$ und kleiner als $5h$ ist. Deshalb müssen die Platten- und Scheibentheorie überlagert werden.

Tabelle 4.1 fasst die Ergebnisse für die Beschreibung einer Trennmembran als rotationssymmetrisches, ebenes Flächentragwerk mit idealer Randeinspannung in normierter Form zusammen [And66].

Tabelle 4.1: Superposition der Beschreibung entsprechend der Platten- und Scheibentheorie

<i>Platte</i>	<i>Scheibe, ideale Membran</i>	<i>Superposition</i>
Auslenkung $y_0 < 1/3h$	Auslenkung $y_0 > 5h$	
$\frac{pR^4}{Eh^4} = \frac{16}{3(1-\mu^2)} \frac{y_0}{h}$	$\frac{pR^4}{Eh^4} = \frac{7-\mu}{3(1-\mu)} \frac{y_0^3}{h^3}$	$\frac{pR^4}{Eh^4} = \frac{16}{3(1-\mu^2)} \frac{y_0}{h} + \frac{7-\mu}{3(1-\mu)} \frac{y_0^3}{h^3}$

Bei den im Rahmen dieser Arbeit betrachteten Trennmembranen muss die Beschreibung durch Überlagerung der Platten- und Scheibentheorie erfolgen. Bei der weiteren Verwendung des Begriffs „Membran“ handelt es sich um die Verkürzung von „Trennmembran“. Damit ist ein Flächentragwerk beschrieben, das keine ideale Membran ist, sondern auch Biegesteifigkeit aufweist. Die Beschreibung erfolgt durch Kopplung der Platten- und Scheibentheorie [Esc86].

Zur Beschreibung und Optimierung der bei Drucksensoren eingesetzten Trennmembranen ist diese Grundgleichung nicht ausreichend. Maßgebliche Einflüsse wie mechanische Vorspannung, Konusform und Wellengeometrie bleiben unberücksichtigt.

4.2 Beschreibung von realen Trennmembranen durch die Platten- und Scheibentheorie

Die Platten- und Scheibentheorie ermöglicht es, das Verhalten von Trennmembranen unter Druckbelastung in Form von geschlossen lösbaren Gleichungen darzustellen. Um Membranen für den Anwendungsfall konkaver vorgespannter Wellmembranen, wie sie als galvanisch abgeschiedene Trennmembranen zum Einsatz kommen, berechnen zu können, müssen die Ansätze von FEODOSEV [Feo49] und ANDREEVA [And66] zusammengeführt werden, um alle geometrischen Parameter zu berücksichtigen. Der Ansatz von FEODOSEV ermöglicht es, konkav oder konisch ausgeformte Kreisplatten zu beschreiben. ANDREEVA überführt die mechanischen Eigenschaften von gewellten Membranen in die flacher Membranen mit anisotropen Materialeigen-

4 Analytische und numerische Beschreibung von Trennmembranen

schaften in radialer und tangentialer Richtung. Abbildung 4.2 zeigt die Definition der geometrischen Größen.

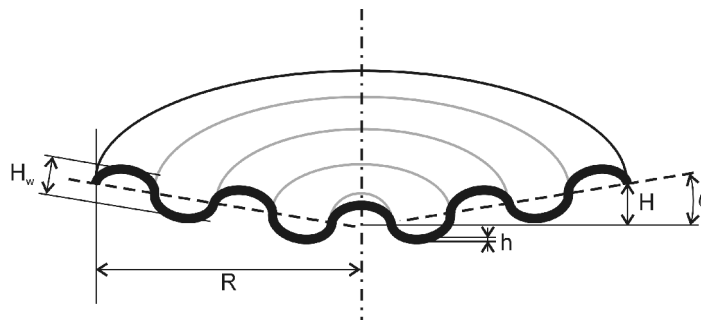


Abbildung 4.2: Geometrische Parameter einer Trennmembran mit Konus und Wellen

Die Auslenkung der Plattenmitte y_0 wird in Abhängigkeit der in Tabelle 4.2 dargestellten Eigenschaften der Membran, die bei der Modellbildung berücksichtigt werden, beschrieben.

Tabelle 4.2: Bei der Modellbildung berücksichtigte Eigenschaften der Trennmembran

Materialeigenschaften		Geometrieparameter	
Elastizitätsmodul	E	Radius	R
Querkontraktionszahl	μ	Dicke (konstant)	h
Vorspannung	T_{vor}	Konustiefe	H
		Neigungswinkel	q
		Wellenhöhe	H_w

Ziele der Darstellung ist es, eine allgemeingültige, geschlossene, optimierbare Form der Beschreibung von Membranen zu finden. Die Genauigkeit muss im Bereich der Fertigungstoleranzen liegen.

Nach der Herleitung des Differentialgleichungssystems wird es für die relevanten Anwendungsfälle unter Berücksichtigung aller Einflussparameter der Membranen gelöst.

Aufbauend auf der Auslenkung des Plattenmittelpunktes erfolgt die Berechnung des von der Membran aufgenommenen Flüssigkeitsvolumens.

4.2.1 Herleitung der Differentialgleichungen für rotationssymmetrische Flächentragwerke

Als Scheiben und Platten werden Flächentragwerke bezeichnet, deren Dicke klein, mindestens um den Faktor 10, gegenüber ihrer Ausdehnung in der Ebene ist. Alle Spannungen über der Dicke werden als konstant angenähert, so dass ein ebener Spannungszustand vorliegt [Dan95].

4.2 Beschreibung von realen Trennmembranen durch die Platten- und Scheibentheorie

Bei einer Platte werden nur die Kräfte normal zur Ebene der Platte betrachtet. Dies sind die Druckeinwirkung und die Biegesteifigkeit des Flächentragwerks. Für kleine Auslenkungen bis $1/3$ der Plattendicke ist diese Art der Beschreibungen des Auslenkungsverhaltens ausreichend. Bei einer Scheibe wirken alle Kräfte in der Ebene und führen zu einer Dehnung des Flächentragwerks. Sobald ein Flächentragwerk nur mit Hilfe der Scheibentheorie beschrieben wird, weist sie wie eine ideale Membran keine Biegesteifigkeit auf. Zur Linearisierung der Kraft-Weg-Kennlinie wird in vielen Anwendungsfällen eine Vorspannung in Membranen eingebracht. Bei den hier beschriebenen Trennmembranen müssen sowohl Eigensteifigkeit als auch Dehnung berücksichtigt werden [And66], [Feo49].

Die Herleitung der Differentialgleichungen erfolgt in folgenden Schritten:

- Beschreibung gewellter Membranen durch anisotrope Materialparameter,
- Ableitung der Verzerrungszustände und Biegemomente ebener Flächentragwerke,
- Aufstellen der Gleichgewichtsbedingungen an einem infinitesimal kleinen Ausschnitt der Membran,
- Betrachtung der Randbedingungen am Membranrand,
- Beschreibung der Verrückung des Ausschnitts der Membran.

Die Struktur der Differenzialgleichungen entsteht durch die Verknüpfung der tangentialen Streckung mit der radialen Streckung der Membran sowie der radialen und tangentialen Momente. Ihre endgültige Form erreichen die Differentialgleichungen durch das Einsetzen der Stoffgesetze und Ergebnisse der Gleichgewichtsbetrachtungen, Randbedingungen und Verrückungen. Die Darstellung der Gleichungen erfolgt aufgrund der Vereinfachungen durch den ebenen Spannungszustand und die Rotationssymmetrien nicht in Matrixschreibweise.

Beschreibung gewellter Membranen durch anisotrope Materialparameter

Abbildung 4.3 zeigt einen Ausschnitt aus einer gewellten Membran. Gegenüber einer ebenen Struktur verringert sich der Elastizitätsmodul in x-Richtung aufgrund der Federstruktur und vergrößert sich in y-Richtung durch größere Menge an Material.

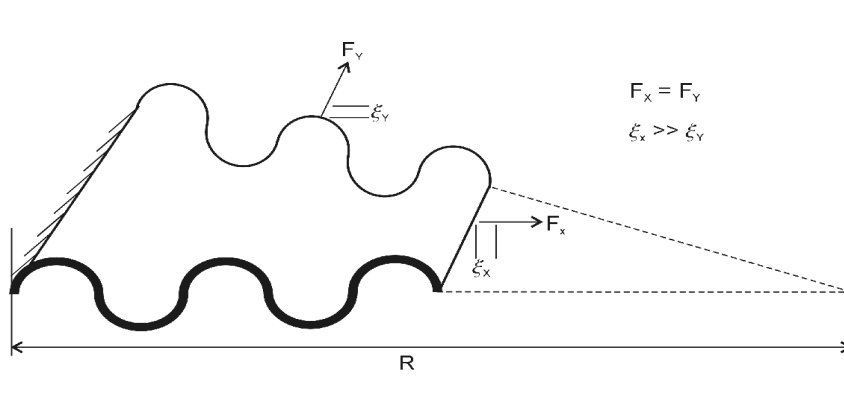


Abbildung 4.3: Ausschnitt einer gewellten Membran

Die Wellenform eines Flächentragwerks wird in angenäherter Form durch einen inhomogenen Elastizitätsmodul und eine inhomogene Querkontraktionszahl ausgedrückt.

Die inhomogenen Materialparameter setzen sich aus einer radialen und tangentialen Komponente zusammen, die für einen gewellten Streifen berechnet werden. Dabei ist es allerdings nur möglich, gleichmäßige Wellen zu erfassen. Die örtliche Anordnung der Wellen auf der Trennmembran bleibt ebenfalls unberücksichtigt [And66].

Aus der Wellengeometrie werden zwei Konstanten k_1 und k_2 berechnet, die das Verhalten der Grundwerte der Materialeigenschaften zu den anisotropen Werten beschreiben. Die Veränderung der Materialparameter ist in Tabelle 4.3 aufgeführt. Die Herleitung der Konstanten k_1 und k_2 aus der Wellenform erfolgt in Abschnitt 4.2.3.

Tabelle 4.3: Anisotrope Materialparameter gewellter Flächentragwerke

Materialparameter	Orientierung	Art	Veränderung
Elastizitätsmodul	radial	Biegung	$E_{rb} = E/k_1$
Elastizitätsmodul	radial	Dehnung	$E_{rd} = E/k_2$
Elastizitätsmodul	tangential	Biegung	$E_{tb} = E \cdot k_2$
Elastizitätsmodul	tangential	Dehnung	$E_{td} = E \cdot k_1$
Querkontraktionszahl	radial	Biegung	$\mu_{rb} = \mu/k_1$
Querkontraktionszahl	radial	Dehnung	$\mu_{rd} = \mu/k_2$
Querkontraktionszahl	tangential	Biegung	$\mu_{tb} = \mu \cdot k_2$
Querkontraktionszahl	tangential	Dehnung	$\mu_{td} = \mu \cdot k_1$
mit $k_1, k_2 > 1$			

Verzerrungszustände und Biegemomente ebener Flächentragwerke

Das Koordinatensystem hat seinen Ursprung im Mittelpunkt der Membran, wie Abbildung 4.4 zeigt. Gemäß dem ebenen Spannungszustand gilt für den Zusammenhang zwischen Verzerrungen ξ und mechanischen Spannungen $T_{r,t}$ [And66]:

$$\xi_t = \frac{1}{k_1 E} (T_t - \mu T_r) \quad \xi_r = \frac{k_2}{E} \left(T_r - \frac{\mu}{k_1 k_2} T_t \right) \quad (4.2)$$

Das radiale und tangential Biegemoment M_r und M_t ergibt sich aus dem Integral über die Plattendicke multipliziert mit dem Ort r , der die Länge des Hebels liefert:

$$M = \int_{-\frac{h}{2}}^{+\frac{h}{2}} T z dz \Rightarrow M_r = \frac{D}{k_1} (T_r - \mu T_t), \quad M_t = D \left(T_t - \frac{\mu}{k_1 k_2} T_r \right)$$

mit $D = \frac{E h^3}{12(1-\mu^2)}$. (4.3)

Gleichgewichtsbedingungen eines Membranausschnitts

Die Gleichgewichtsbedingungen werden an einem infinitesimal kleinen Ausschnitt aus der ausgelenkten Membran aufgestellt. Das verwendete Bezugssystem ist in Polarkoordinaten festgelegt. Abbildung 4.4 zeigt dieses Modell [Feo49].

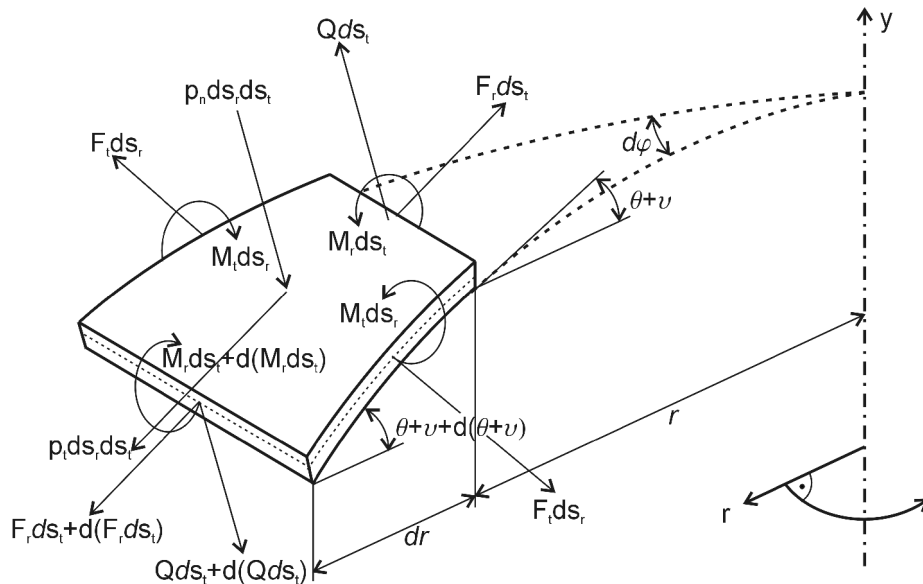


Abbildung 4.4: Gleichgewichtsbedingungen an einem infinitesimal kleinen Membranausschnitt

4 Analytische und numerische Beschreibung von Trennmembranen

Bei der Aufstellung der Gleichgewichtsbedingungen werden die Winkelbeziehungen gemäß des ersten Gliedes der Reihenentwicklung vereinfacht. Es ergibt sich das Gleichgewicht der Kräfte

$$p_n r + F_r(\theta + \vartheta)' + (Qr)' + F_t(\theta + \vartheta) = 0 \quad (4.4)$$

und Biegemomente

$$-F_Q r + (M_r r)' - M_t = 0 \quad . \quad (4.5)$$

Randbedingungen an der Membraneinspannung

Die in der Gleichung der Biegemomente enthaltene Scherkraft F_Q wird mit einer Betrachtung der Randbedingungen an der Einspannung der Membran eliminiert. Abbildung 4.5 zeigt die Draufsicht und ein Schnittbild der Membran [Feo49].

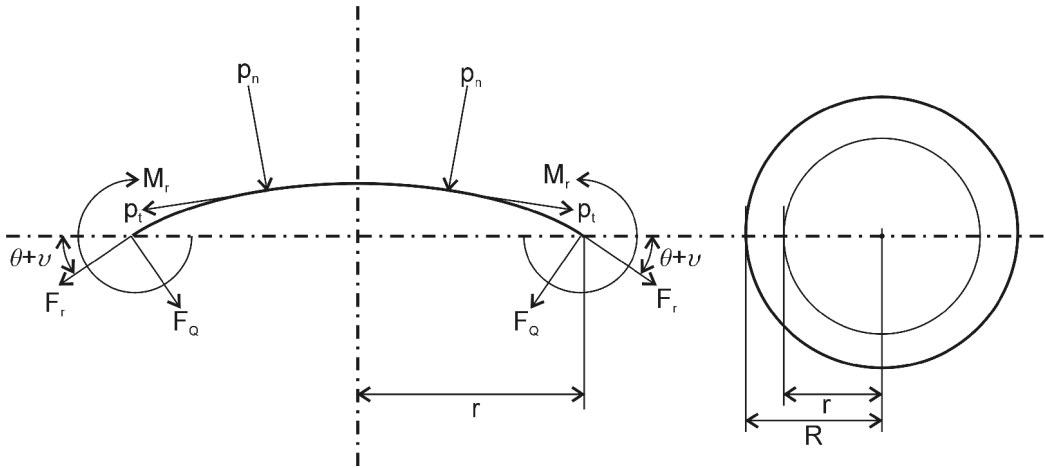


Abbildung 4.5: Randbedingungen an der Einspannung der Membran

Cosinusfunktion wird dabei als Reihenentwicklung mit zwei Gliedern und die Sinusfunktion mit dem ersten Glied der Reihenentwicklung vereinfacht [And66].

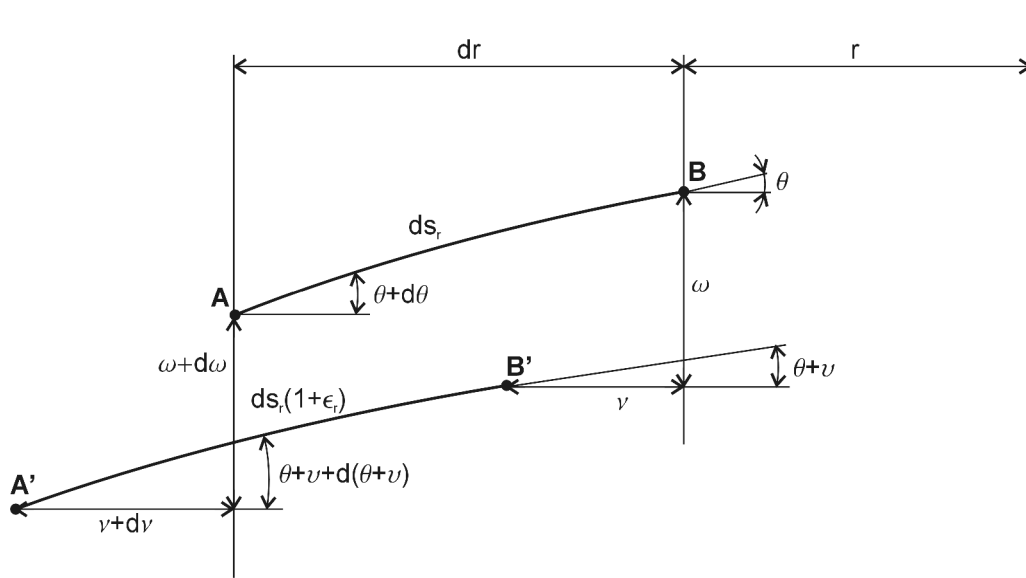


Abbildung 4.6: Verrückung eines Membranausschnitts: $A \rightarrow A'$, $B \rightarrow B'$

Die radiale und tangentialer Dehnung $\epsilon_{r,t}$ ergibt sich zu

$$\epsilon_r = v' + v'' \left(\theta + \frac{\vartheta}{2} \right) \approx v'' \quad \epsilon_t = \frac{v}{r} \quad (4.8)$$

Aufbau des Differenzialgleichungssystems

Grundlage der beiden Differentialgleichungen, die das Verhalten der Membran beschreiben, ist der Ausdruck der radialen und tangentialen Dehnung der Membran durch die Winkel aus Gleichung (4.8). Die Streckungen werden entsprechend dem Spannungszustand aus Gleichung (4.2) durch die Spannungen T ersetzt, und die tangentialer Kraft F_t durch ihre Verknüpfung mit der radialen Kraft F_r aus Gleichung (4.6) eliminiert. Es ergibt sich die erste Gleichung der DGL, die die Kräfte beschreibt.

Der zweite Teil des Differentialgleichungssystems beruht auf der Momentengleichungen (4.7), in die die Winkelbeziehungen für die relativen Streckungen aus Gleichung (4.8) eingesetzt werden.

Die beiden Differentialgleichungen werden in eine auf den Radius normierte Form überführt:

$$\begin{aligned} \rho \psi_i'' + \psi_i' - a^2 \frac{\psi_i}{\rho} &= \left(\theta + \frac{\vartheta}{2} \right) v'' + f_i \\ \rho v'' + v' - a^2 \frac{v}{\rho} &= -k_1^2 k \psi (\theta + \vartheta) - k_1 \varphi \end{aligned} \quad (4.9)$$

Folgende Größen werden in zusammengefasster Form verwendet:

$$\text{normierter Radius: } \rho = \frac{r}{R}$$

$$\text{normierte tensile Kraft: } \psi = -\frac{T_r r}{E h R k_1}$$

$$\text{Biegesteifigkeit: } D = \frac{E h^3}{12(1-\mu^2)}$$

$$\text{normierte Biegenachgiebigkeit: } k = \frac{E h R^2}{D} = 12(1-\mu^2) \frac{R^2}{h^2}$$

$$\text{Einflussfaktor der tangentialen Druckkomponente: } f = \frac{1}{E h k_1} \left[(p_t r^2)' + \mu p_t r \right]$$

$$\text{Einflussfaktor der Vorspannung: } \varphi = \frac{F(r)}{D} R$$

4.2.2 Lösung der Differentialgleichungen

Die Auflösung der Differentialgleichung erfolgt nach der Methode von GALERKIN, die ein kontinuierliches Verfahren ist und auf der Methode von RAYLEIGH-RITZ basiert [Esc86], [Mys69], [Cha00].

Eine Ansatzfunktion soll beim Einsetzen in die Differentialgleichung alle Randbedingungen erfüllen. Dies wird allerdings nur in Sonderfällen erfüllt. Man fordert deshalb ein Residuum, dessen Integral durch Gewichtsfunktionen, die aus frei wählbaren Koeffizienten bestehen, gleich Null wird. Bei der Methode von GALERKIN gleichen sich die Gewichts- und Ansatzfunktionen. Die Ansatzfunktion für die erste DGL aus Gleichung (4.9) wird aus den Lösungen des homogenen und des inhomogenen Teils gebildet. Der Winkel u wird durch die Näherung $C(r^3 - r)$ substituiert. Die gewählte Ansatzfunktion y lautet [Feo49]:

$$\psi = c^2 \left(\frac{\rho^7}{a_h} - \frac{\rho^5}{b_h} + \frac{\rho^3}{c_h} + \frac{a_1 \rho^k}{a_h} + \frac{b_1}{a_h \rho^k} \right) + \theta c \left(\frac{\rho^5}{b_h} - \frac{\rho^3}{d_h} + \frac{a_2 \rho^k}{b_h} + \frac{b_2}{b_h \rho^k} \right) \quad (4.10)$$

$$\text{mit } a_h = 2(49 - k^2), \quad b_h = 25 - k^2, \quad c_h = 2(9 - k^2), \quad d_h = 9 - k^2$$

Die Ansatzfunktion y beinhaltet Variablen, die anhand von Randbedingungen gelöst werden:

$$c = \frac{4y_0}{R} \quad b_1, b_2 = 0, \text{ da } \psi|_{\rho=0} \neq \infty \quad (4.11)$$

Die Lösung von a_1 und a_2 erfolgt anhand der Betrachtung der Spannungszustände am Rand der Membran, die auf dem Spannungszustand aus Gleichung (4.2) beruht. An diesem Punkt wird die Vorspannung T_{vor} der Membran berücksichtigt, die als Verrückung der Membraneinspannung \times_t wirkt

$$\left| \psi' - \mu \frac{\psi}{\rho} \right|_{\rho=1} = \xi_t = \frac{1-\mu}{k_1 E} T_{\text{vor}} \quad . \quad (4.12)$$

Das Ergebnis für y aus Gleichung (4.10) wird in die zweite DGL von Gleichung (4.9) eingesetzt. Das Ergebnis ist die Lösung der Membrangleichung und weist in normierter einheitenloser Form folgende Struktur auf

$$\frac{pR^4}{Eh^4} = K_{\text{lin}} \frac{y_0}{h} + K_{\text{quad}} \frac{y_0^2}{h^2} + K_{\text{kub}} \frac{y_0^3}{h^3} \quad . \quad (4.13)$$

Die Konstanten K_{lin} , K_{quad} und K_{kub} beschreiben dabei den Einfluss der geometrischen Parameter und der Materialeigenschaften auf die Auslenkung des Membranmittelpunktes:

- K_{lin} : Tiefe des Konus H , Biegesteifigkeit D und mechanische Vorspannung T_{vor}
- K_{quad} : Tiefe des Konus H , mechanische Vorspannungen T_{vor}
- K_{kub} : Dehnungsverhalten der neutralen Faser

Bei einer flachen Membran entfällt der quadratische Anteil. Durch die Wellenparameter, die Vorspannung und die Konusform der Membran wird der lineare Anteil in der Membrangleichung vergrößert. Das Auslenkungsverhalten nimmt an Linearität zu.

Die ausführliche Darstellung der Lösung der Membrangleichung mit allen Parametern befindet sich in Anhang B.

4.2.3 Ableitung der Wellenkonstanten aus der Wellenform

Das Verhalten einer gewellten Membran wird auf eine ebene Membran übertragen, bei der Elastizitätsmodul und Querkontraktionszahl richtungsabhängig sind. Die Richtungsabhängigkeit wird durch die Konstanten k_1 und k_2 ausgedrückt.

Die Ableitung der Konstanten erfolgt aus dem Verhältnis des Elastizitätsmoduls der gewellten Struktur gegenüber der flachen Struktur bei Dehnung und Biegung. Darauf aufbauend ergeben sich die Verhältnisse für den Elastizitätsmodul und die Querkontraktionszahl bei Dehnung und Biegung aus den Materialgesetzen. Das Ergebnis ist in Tabelle 4.3 zusammengefasst.

Abbildung 4.7 zeigt den Ansatz des Vorgehens zur Berechnung der Konstanten k_1 und k_2 [And66].

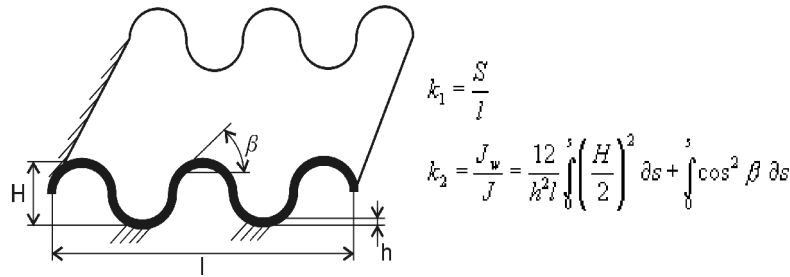


Abbildung 4.7: Ansatz zur Berechnung der Wellenkonstanten k_1 und k_2

Die Konstante k_1 in y-Richtung wird durch das Verhältnis der Bahnkurve S der gewellten Membran zur Länge l beschrieben.

Die Konstante k_2 in x-Richtung wird durch das Verhältnis der Biegemomente einer ebenen und gewellten Platte gleicher Dicke beschrieben. Die Berechnung erfolgt über das MOHR'sche Integral.

Die Wellenhöhe hat den größten Einfluss auf die Konstanten k_1 und k_2 . Die Wellengeometrie ist sekundär. Die Differenz im Verhalten zwischen sinusförmigen und sägezahnförmigen Wellen ist kleiner 10 %.

Die Konstanten k_1 und k_2 werden folgendermaßen aus der Geometrie der Wellen berechnet [And66], [Dig82]:

- für sägezahnförmige Wellen

$$k_1 = \frac{1}{\cos \beta} \quad k_2 = \frac{H^2}{h^2 \cos \beta} + \cos \beta \quad . \quad (4.14)$$

- für sinusförmige Wellen in Näherung

$$k_1 = 1 \quad k_2 = \frac{3H^2}{2h^2} + 1 \quad \text{für } \beta < 15^\circ \quad . \quad (4.15)$$

Die Gleichungen für die sägezahnförmige Welle kann für Winkel $\beta > 15^\circ$ als Näherung für die sinusförmige Welle verwendet werden. Die Wellenhöhe muss mit dem Korrekturfaktor 1,412 multipliziert werden. Die Steigung der sägezahnförmigen Welle entspricht damit der mittleren Steigung der sinusförmigen Welle.

Aus den geometrischen Parametern und der Anzahl der Wellen n der Membran lässt sich der Winkel β und damit der Grenzwert für die Wellenhöhe bestimmen:

$$\tan \beta = \sqrt{8} \, n \frac{H}{R} \quad \beta < 15^\circ \Rightarrow H < 0,095 \frac{R}{n} \quad (4.16)$$

4.2.4 Abweichung der Lösungen der Differentialgleichungen für Flächentragwerke

Die Aussagekraft der analytischen Beschreibung wird von der Abweichung zum realen Verhalten von Membranen bestimmt und entscheidet über die Anwendbarkeit. Die Abweichungen müssen für spezielle Lösungen, im Vergleich mit analytischen Lösungen von Platten- und Membrangleichungen untereinander und im Vergleich zu experimentellen Ergebnissen untersucht werden.

Spezielle Lösungen der gekoppelten Platten- und Membrangleichungen

Durch eine Reduktion der geometrischen Parameter und durch Einführung von Randbedingungen entstehen spezielle Lösungen, die besondere Eigenschaften aufweisen. Sie sind wesentlich kürzer als die vollständige Lösung aus Gleichung (4.13) und eignen sich deshalb für Überschlagsrechnungen. Die Lösungen, die im Rahmen dieser Arbeit, insbesondere zur Berechnung der akustischen Nachgiebigkeit, Verwendung finden, sind in Tabelle 4.4 zusammengefasst.

Tabelle 4.4: Spezielle Lösungen der Platten- und Membrangleichung

Plattengeometrie	Lösung	Quelle	Anmerkung
flache Kreisplatte	$\frac{pR^4}{Eh^4} = \frac{16}{3(1-\mu^2)} \frac{y_0}{h}$ $y = \frac{3(1-\mu^2)}{16Eh^2} (R^2 - r^2)^2$	[And66] [Dig82]	Lineares Verhalten, Anwendung bei der Beschreibung der Biegelinie, Gültigkeit nur bis $y_0 < 1/3 h$
flache Kreisplatte	$\frac{pR^4}{Eh^4} = \frac{7-\mu}{3(1-\mu)} \frac{y_0^3}{h^3}$	[And66] [Dig82]	ideale Membran (ohne Biegesteifigkeit)
flache Kreisplatte	$\frac{pR^4}{Eh^4} = \frac{16}{3(1-\mu^2)} \frac{y_0}{h} + \frac{46-18\mu}{21(1-\mu)} \frac{y_0^3}{h^3}$	[Feo49]	reale Membran

Die ersten beiden Gleichungen können zur Beschreibung realer Membranen bei großen Auslenkungen durch Superposition, wie in Tabelle 4.1, zusammengeführt werden.

Abweichung der Lösungen der Membran-DGL untereinander

Je nach Lösungsverfahren differieren die Lösungen der Differentialgleichung. Für den linearen und den kubischen Einflussfaktor K_{lin} und K_{kub} ergeben sich für die Querkontraktionszahl $\mu = 0,3$ die in Tabelle 4.5 zusammengefassten Zahlenwerte.

4 Analytische und numerische Beschreibung von Trennmembranen

Tabelle 4.5: Ergebnisse verschiedener Lösungsverfahren für Membrangleichungen

Gleichung	Autor	K_{lin}	K_{kub}	Lösungsverfahren
$\frac{pR^4}{Eh^4} = K_{lin} \frac{y_0}{h} + K_{kub} \frac{y_0^3}{h^3}$	ANDREEVA [AND66]	5,86	3,19	Störungsrechnung
	FEODOSEV [FEO49]	5,86	2,76	Variationsmethode
	HENCKY/CHIEH WEI-CHANG [HEN13]	5,86	3,58	numerisch

Die Ergebnisse von ANDREEVA und FEODOSEV liegen in analytischer Form vor, so dass sich verschiedene Querkontraktionszahlen einsetzen lassen. Das Ergebnis von HENCKY ist numerisch berechnet, so dass eine Variation der Querkontraktionszahl mit erheblichem Rechenaufwand verbunden ist. Die Abweichung der Lösungen untereinander liegt bei einer Auslenkung von $y_0 = 2 h$ bei 20 %.

Abweichung analytischer Lösungen zu Messwerten und Simulationsergebnissen

Für die Qualifizierung der Membrangleichungen zur Berechnung und Optimierung von Trennmembranen ist die zwischen Berechnung und Messwert auftretende Abweichung entscheidend. Tabelle 4.6 gibt eine Übersicht der Abweichungen der berechneten von den gemessenen Werten.

Tabelle 4.6: Abweichung gemessener Werte von berechneten Werten bei $y_0 = 2 h$

Abweichung zu Messwerten		Abweichung zu Simulationen	
Autor	Abweichung	Autor	Abweichung
ANDREEVA [And66]	< 5 %	[Sta04]	< 2 %
FEODOSEV [FEO49]	< 10 %	[Kra04]	< 18 %
WOLMIR [Wol62]	< 2 %	[Raf04]	< 5 %

Der in Gleichung (4.9) dargestellte Ansatz dritten Grades weist eine ausreichende Genauigkeit zur Beschreibung der Auslegung der Trennmembran auf. Die durch Fertigungstoleranzen zu erwartenden Abweichungen liegen in der gleichen Größenordnung. Dies wird durch die Ergebnisse der Untersuchungen in [Jer89], [Sch94], [Soi02] bestätigt.

Weiterführende analytische Ansätze existieren nur für ebene Kreisplatten [Men83]. Der Zugewinn an Genauigkeit rechtfertigt den mathematischen Aufwand bei der Betrachtung der Auslenkung nicht. Bei der Betrachtung der Plattenspannungen, z.B. beim Entwurf piezoresistiver Drucksensorelemente, sind diese Betrachtungen notwendig [Wer82], [Ger87].

4.2.5 Überblick über die Einflüsse von Geometrie- und Materialparametern auf die Nachgiebigkeit von Trennmembranen

In einer abschließenden Betrachtung werden die Einflüsse der geometrischen Abmessungen und Materialkonstanten auf die Auslenkung einer Membran im Geltungsbereich aus Tabelle 3.2 dargestellt. Tabelle 4.7 gibt die Werte der Parameter der Grundform und ihre jeweilige Variation an.

Tabelle 4.7: Bereich der für Trennmembranen relevanten Geometrie- und Materialparameter

<i>Membranparameter</i>	<i>Minimalwert</i>	<i>Grundwert</i>	<i>Maximalwert</i>
Radius - R	2,5 mm	4,5 mm	10 mm
Dicke - h	5 μm	25 μm	50 μm
Konus - H	0 μm	0 μm	100 μm
Wellenhöhe - H_w	0 μm	0 μm	200 μm
Vorspannung - T	0 MPa	0 MPa	100 MPa
Elastizitätsmodul - E	100 GPa	200 GPa	300 GPa
Querkontraktionszahl - μ	0,25	0,3	0,35

Bei der Darstellung in Abbildung 4.8 wird jeweils ein Parameter variiert, während die anderen den Grundwert beibehalten. Es wird die Veränderung der Nachgiebigkeit N normiert auf die Nachgiebigkeit Membran mit den Grundwerten N_0 aus Tabelle 4.7 bei einer Druckbelastung von 25 mbar dargestellt.

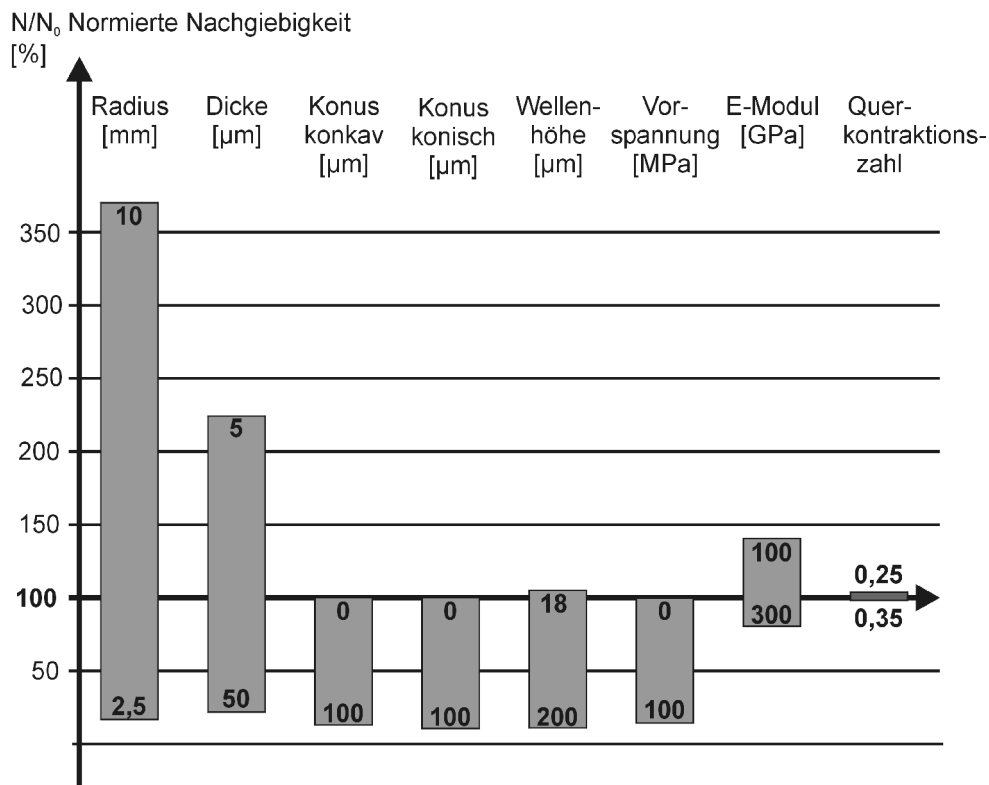


Abbildung 4.8: Normierter Einfluss der Parameter auf die Nachgiebigkeit der Trennmembran. Die Membrangeometrie entspricht den Grundwerten aus Tabelle 4.7

Der Einfluss des Radius wirkt entsprechend Gleichung (4.13) mit der 4. Potenz auf die Nachgiebigkeit der Trennmembran.

Geringer ist der Einfluss der Membrandicke. Er steigt gemäß Gleichung (4.13) von linear für kleine Auslenkungen bis zu kubisch für große Auslenkungen der Membran.

Eine konische Ausformung der Membran führt zur Erhöhung der Biegesteifigkeit und damit zu einer Verringerung der Nachgiebigkeit. Die Versteifung der konkaven Membran ist aufgrund des stumpfen Winkels geringer als die der konischen Membran.

Eine gewellte Membranform weist für eine optimale Wellenhöhe, hier 18 μm , eine größere Nachgiebigkeit als die flache Membran auf. Für größere Wellen nimmt die Nachgiebigkeit wegen der erhöhten Biegesteifigkeit und Linearität zu. Dieses Verhalten wird durch Abbildung 4.9 verdeutlicht.

Zugspannungen in der Membran bewirken eine Verringerung der Nachgiebigkeit, da die Dehnung der Membran bei großen Auslenkungen erschwert wird.

Der Einfluss des Elastizitätsmoduls und der Querkontraktionszahl sind von sekundärer Bedeutung.

4.2 Beschreibung von realen Trennmembranen durch die Platten- und Scheibentheorie

Abbildung 4.9 zeigt den Einfluss der Wellenhöhe auf die Nachgiebigkeit der Trennmembran. Bei steigender Wellenhöhe nimmt die Nachgiebigkeit bis zu einem Optimum, hier $18\text{ }\mu\text{m}$, zu, das von der Auslenkung der Membran abhängig ist. Bei weiterer Vergrößerung der Wellen reduziert sich die Nachgiebigkeit, die Linearität nimmt zu. Membranen mit stark ausgeprägter Wellenform sind in ihrem Auslenkungsverhalten nicht sehr nachgiebig, sondern sehr linear [And66], [Sch94], [Lap96].

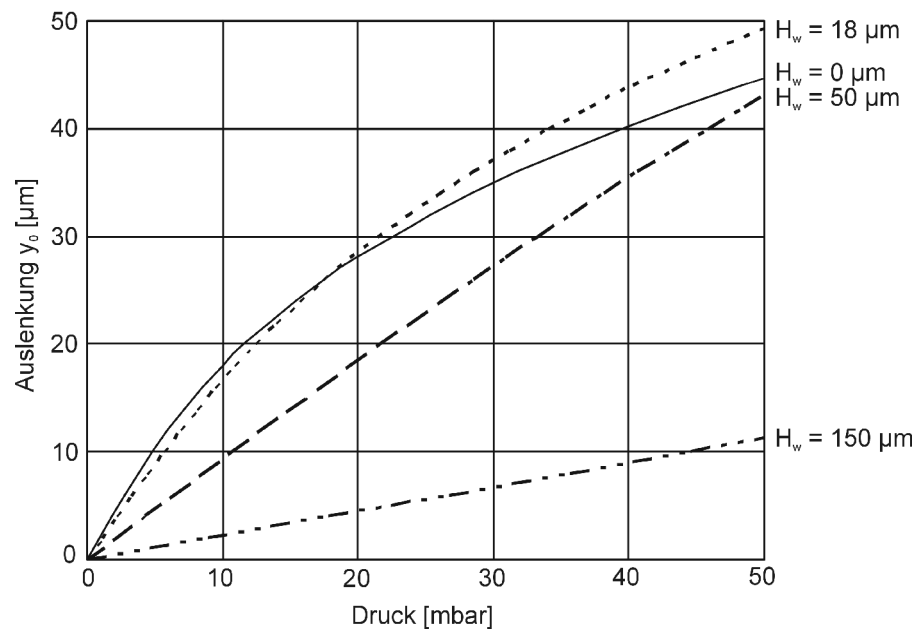


Abbildung 4.9: Einfluss der Wellenhöhe auf die Auslenkung der Membran. Die Membrangeometrie entspricht den Grundwerten Tabelle 4.7.

Tabelle 4.8 gibt einen Überblick über die Auswirkungen der Geometrieparameter auf die das Membranverhalten bestimmenden Konstanten K_{lin} , K_{quad} , K_{kub} .

Tabelle 4.8: Einfluss der Geometrieparameter auf das Membranverhalten

Geometrieparameter	K_{lin}	K_{quad}	K_{kub}
Wellenparameter k_1, k_2	vergrößert	-	verringert
Vorspannung T_{vor}	vergrößert	vergrößert	-
Tiefe des Konus H	vergrößert	vergrößert	-

Durch die Wellenparameter, die Vorspannung und die Konusform der Membran wird der lineare Anteil in der Membrangleichung vergrößert. Das Auslenkungsverhalten nimmt an Linearität zu.

4.2.6 Das Volumen unter der ausgelenkten Trennmembran

Das Volumen unter einer ausgelenkten Membran wird durch die effektive Membranfläche beschrieben. Diese bezeichnet, wie in Abbildung 4.10 gezeigt wird, die Bodenfläche eines Zylinders der Höhe y_0 in Relation zur Membranfläche, die durch den Radius R beschrieben wird. In erster Näherung liegt a_{eff} bei $1/3$ [Dig82], [And66].

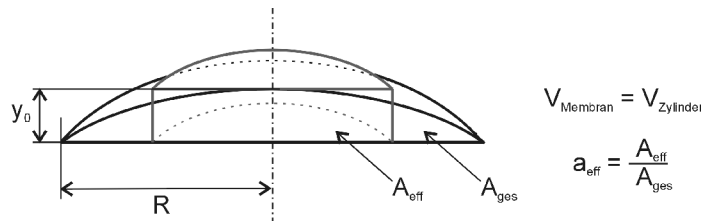


Abbildung 4.10: Definition der effektiven Membranfläche

Bei flachen Membranen sinkt bei zunehmender Auslenkung der Anteil der Biegesteifigkeit gegenüber der Membrandehnung. Die Membran beult sich weiter aus und die effektive Membranfläche nimmt zu.

Konische, konkave und gewellte Membranen weisen wegen ihrer speziellen geometrischen Form eine erhöhte Eigensteifigkeit und damit eine größere effektive Membranfläche auf als flache Membranen. Das Verhältnis der effektiven Membranfläche zur geometrischen Membranfläche liegt zwischen $1/3$ und $1/2$ [And66], [Wol62].

Die effektive Membranfläche muss für die verschiedenen Membranformen auf unterschiedliche Weise berechnet werden, da der exakte Verlauf der Biegelinie der Membran nur in Sonderfällen bekannt ist.

Aktive Membranfläche der flachen Membran

FEODOSEV gibt in tabellierter Form eine Näherung der effektiven Membranfläche in Abhängigkeit der Mittelpunktauslenkung y_0 und der Membrandicke h an. Sie beruht auf der Näherung des Biegewinkels u durch $u = C(r^2 - r)$ anstatt durch $u = C(r^3 - r)$. Der Einfluss der vereinfachten Lösung auf die Mittelpunktauslenkung ist nicht signifikant. Der Verlauf der Spannungen und damit der Biegelinie der Membran wird jedoch durch die Näherung $C(r^3 - r)$ erheblich verfälscht [Feo49], [Wol62], [Men83].

Entsprechend zu der auf die Plattendicke normierten Form der Auslenkung y_{0n} wird ein normiertes Volumen V_n definiert:

$$y_{0n} = \frac{y_0}{h} \quad V_n = \frac{V}{\pi R^2 h} \quad y_{0n} = \frac{V_n}{a_{\text{eff}}} \quad (4.17)$$

4.2 Beschreibung von realen Trennmembranen durch die Platten- und Scheibentheorie

Abbildung 4.10 zeigt den von FEODOSEV tabellierten Verlauf des Flächeneffektivitätsfaktors a_{eff} , der das Verhältnis der effektiven Membranfläche zur Gesamtfläche der Membran ausdrückt [Feo49]. Um die Rückrechnung vom Volumen auf die Auslenkung der Membran zu ermöglichen, ist nach Gleichung (4.17) das effektive Volumen dargestellt.

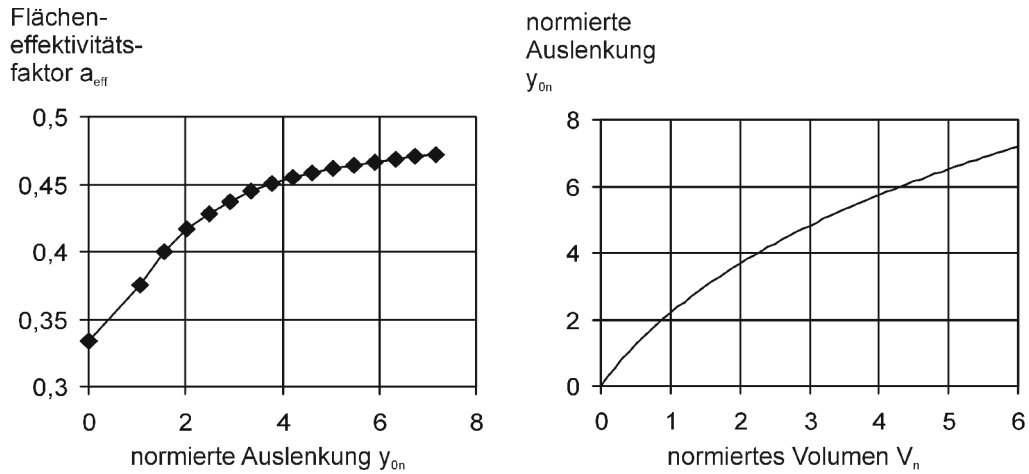


Abbildung 4.11: Flächeneffektivitätsfaktor a_{eff} und normiertes effektives Volumen V_n

Zur verbesserten Nutzung werden die in Abbildung 4.11 dargestellten tabellierten Werte durch Polynome dritten Grades angenähert. Der Fehler liegt im Mittel unter 1 %.

$$a_{\text{eff}} = 0,331 + 0,0554 y_n - 0,00782 y_n^2 + 0,000395 y_n^3 \quad (4.18)$$

$$y_n = 0,28 + 2,0243 V_n - 0,1945 V_n^2 + 0,0083 V_n^3 \quad (4.19)$$

Ein weiteres Verfahren zur Berechnung der effektiven Membranfläche ist die Integration über die Biegelinie der Membran. Für kleine Auslenkungen ist mit der linearen Gleichung aus Tabelle 4.4 die direkte Volumenintegration möglich, das Ergebnis $a_{\text{eff}} = 1/3$ entspricht dem von Feodosjev gegebenen Startwert für $y_{0n} = 0$.

Aus dem Verlauf der radialen Spannungen entlang des Radius lässt sich die örtliche Dehnung der Membran und damit die Biegelinie bei großen Auslenkungen berechnen. Der Verlauf der radialen Spannungen wird aus der Ansatzfunktion y aus Gleichung (4.10) bestimmt. Damit ist eine Abhängigkeit vom Lösungsverfahren der Plattendifferentialgleichung gegeben, so dass dieses Verfahren ungenaue Ergebnisse liefert. Für die ideale Membran wird der von FEODOSEV berechnete Endwert $a_{\text{eff}} = 1/2$ für $y_{0n} \rightarrow \infty$ erreicht [Wol62].

Abbildung 4.12 zeigt die Biegelinie der Membran und die beschreibenden Gleichungen für kleine und große Auslenkungen.

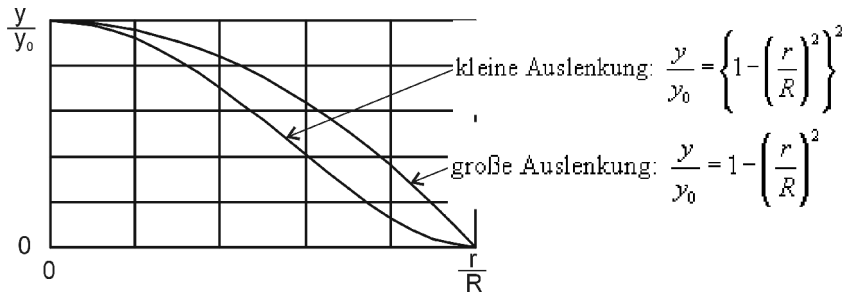


Abbildung 4.12: Biegelinie einer Membran bei geringer und großer Auslenkung

Durch Messungen bestätigt WOLMIR das Verhalten gemäß den beiden beschreibenden Gleichungen für kleine und große Auslenkungen [Wol62].

Aktive Membranfläche der konischen und gewellten Membranen

Für konische und gewellte Membranen ist die Berechnung der effektiven Membranfläche anhand des Verlaufs der radialen Spannungen wie bei den ebenen Membranen nicht möglich.

Unter der Annahme eines linearen Verhaltens, wobei sich die effektive Membranfläche nicht in Abhängigkeit von der Auslenkung verändert, gibt es eine Näherungslösung für Wellmembranen, die auf dem Energieprinzip beruht. Der Membranzmittelpunkt wird durch eine Kraft und einen Druck jeweils um y_0 ausgelenkt. Die benötigte Kraft und der benötigte Druck werden zueinander ins Verhältnis gesetzt [Dig82], [And66].

$$a_{\text{eff}} = \frac{F(y_0)}{p(y_0)\pi R^2} = \frac{K_{\text{linF}}}{K_{\text{lin}}} = \frac{6+2k}{1+k} \quad \begin{aligned} k=1 &\Rightarrow a_{\text{eff}} = \frac{1}{4} \\ k=\infty &\Rightarrow a_{\text{eff}} = \frac{1}{2} \end{aligned} \quad (4.20)$$

Für Wellmembranen liefert dieser Ansatz in den Grenzfällen folgende Werte für das Verhältnis der effektiven Membranfläche: a_{eff} von $\frac{1}{4}$ für flache Membranen bis $\frac{1}{2}$ für stark gewellte Membranen. Der Anfangswert für flache Membranen, $k=1$, steht damit im Widerspruch zu den zuvor bestimmten Werten aus Abbildung 4.11 und Messungen von WOLMIR in Abbildung 4.12.

Die Berechnungen sind nur für kleine Auslenkungen gültig, da nur die linearen Anteile betrachtet werden. Es sind weitere Untersuchungen mit anderen Methoden zur effektiven Membranfläche von Wellmembranen und konischen Membranen in Abhängigkeit ihrer Auslenkung notwendig. Mit Hilfe analytischer Ansätze lässt sich in guter Näherung nur die effektive Membranfläche vom Sonderfall der flachen Membran bestimmen.

4.3 FEM-Simulation von Trennmembranen

Die Modellbildung komplexer geometrischer Strukturen, die von der Form geometrischer Grundkörper abweichen, ist mit Hilfe analytischer Ansätze nur in vereinfachter Form möglich. Ein Beispiel dafür ist die Wellenform von Kreismembranen, bei deren Darstellung erhebliche Vereinfachungen getroffen werden müssen.

Bei der Rechnung mit Hilfe finiter Elemente erfolgt eine Unterteilung eines komplex geformten Körpers in geometrische Grundkörper wie Quader, Pyramide oder Tetraeder. Für die Grundkörper werden aus Elementdatenbanken vordefinierte funktionale Zusammenhänge gewählt, die das durch Materialparameter und äußere Einflüsse bestimmte Verhalten der Eckpunkte, genannt Knoten, zueinander beschreiben. Die finiten Elemente sind miteinander über die Knoten verknüpft und bilden ein mechanisches Kontinuum. Randbedingungen in Form von Belastungen und Einspannungen wirken ebenfalls über die Knoten auf die modellierte Struktur ein [Düm89], [Sta04].

Das so definierte mechanische Kontinuum bildet ein System partieller Differentialgleichungen. Die Lösung erfolgt durch numerische Verfahren. Im linearen Fall direkt, z.B. durch den Gauß-Algorithmus, oder im nichtlinearen Fall über numerische Näherungsverfahren, z. B. das Newton-Verfahren. Zur Lösung des durch finite Elemente gebildeten Differentialgleichungssystems werden, wie zur Lösung der geometrisch abgeleiteten Membrandifferentialgleichungen, Ansatzfunktionen und die Variations- oder Störungsrechnung genutzt, die das Energieprinzip der Mechanik mathematisch umsetzen. Entsprechend dem Variationsprinzip befindet sich das elastische System in einem Gleichgewichtszustand, sobald ein Verschiebungs- und ein Verzerungszustand existiert, bei dem das elastische Potential einen Minimalwert annimmt.

Die Eingangsgrößen und Ergebnisse der Simulationen liegen nur in wertdiskreter Form vor [Trä98].

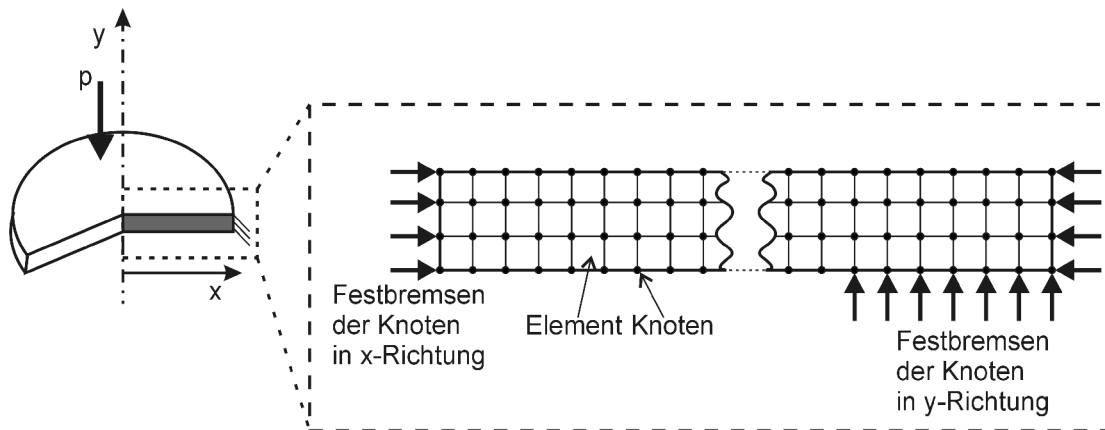
4.3.1 Ablauf der Simulation einer Trennmembran

Im Rahmen dieser Arbeit erfolgt die numerische Simulation der Trennmembran mit Hilfe der Software ANSYS des Herstellers Cadfem.

Der Ablauf einer Simulation ähnelt dem Aufstellen und Lösen der numerischen Gleichung und läuft in folgenden Schritten ab [Mül02]:

- **Aufbau des geometrischen Modells „Pre-Processor“**
Auswahl des Elementtyps, Eingabe der Geometrieparameter, Zuweisung der Materialparameter und Vernetzung des Modells.
- **Festlegung der Randbedingungen „Solution-Processor“**
Definition der Randbedingungen und Aufbringung der Lasten und innerer Spannungen, Berechnung.

Auswertung der Berechnung, Datenexport und Visualisierung.



- die Implementierung von intrinsischen Spannungen,
- eine Ausrichtung der Vernetzung in Rechteckform entlang der Bauteilgeometrie.

Vernetzung des Modells

Bei der Vernetzung ist die Anzahl der Elementlagen über der Membrandicke von entscheidender Bedeutung. Ab einer Anzahl von drei Lagen ist keine signifikante Veränderung des Ergebnisses erkennbar. Zur Minimierung des Rechenaufwandes wird die Anzahl der Elementlagen auf drei festgelegt. Die Gesamtzahl der Elemente beträgt 4800.

Randbedingungen

Die Membran wird am äußeren Rand auf der Unterseite auf einer Länge von 0,5 mm in alle Raumrichtungen, wie in Abbildung 4.13 gezeigt, festgebremst. Diese Form entspricht der Einspannung der galvanisch abgeschiedenen Trennmembran. Im Membranverhalten liegt zu einer ideal an den Rändern eingespannten Membran keine relevante Differenz vor.

Die Membranmitte wird entsprechend dem dort herrschenden Kräftegleichgewicht in x- Richtung so festgebremst, dass nur eine Auslenkung in y-Richtung möglich ist.

Als Last wird der wirkende Druck über der gesamten Membranfläche homogen aufgebracht.

Die inneren Spannungen werden im Element implementiert.

Berechnung

Das Differentialgleichungssystem ist aufgrund der großen Auslenkung nichtlinear. Entsprechend erfolgt die Berechnung iterativ über ein Näherungsverfahren. Der Ablauf der Berechnung ist so ausgelegt, dass die Rechenzeit minimiert wird. Dazu wird die Gesamtmatrix des Differentialgleichungssystems durch die gezielte Nutzung der Abhängigkeiten der Freiheitsgrade voneinander so weit wie möglich reduziert. Anschließend erfolgt eine iterative Rückrechnung auf den Zustand eines jeden Elements. Sobald das Ergebnis eine bestimmte Konvergenz erreicht hat, wird die Berechnung beendet.

Auswertung der Berechnungen

Aus den Zustandswerten der Knoten werden folgende Ergebnisse als Datenbasis gespeichert: die Auslenkung des Membranmittelpunktes, die Biegelinie über dem Membranradius und das Schluckvolumen unter der ausgelenkten Membran.

4.3.2 Simulationsergebnisse von Membranen

Die dargestellten Simulationsergebnisse zeigen zum einen die Abweichung der Simulationsergebnisse von Messwerten, zum anderen zeigen sie die Möglichkeiten der FEM-Simulation. Geometrische Formen, die mit den analytischen Ansätzen nicht bearbeitet werden können, werden berechnet.

Abweichung zwischen Simulations- und Messergebnissen

Abbildung 4.14 zeigt die Simulationsergebnisse der druckabhängigen Auslenkung einer Trennmembran mit unterschiedlicher Wellenhöhe und die Abweichung zu den analytischen Berechnungen aus Abbildung 4.9.

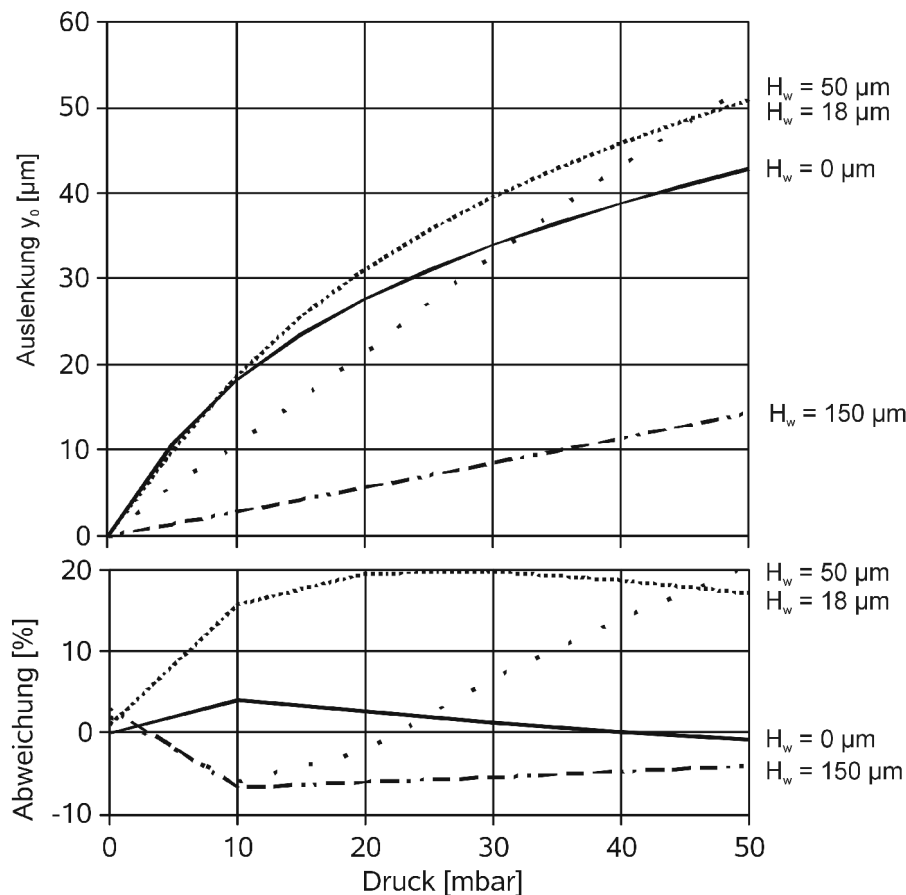


Abbildung 4.14: Simuliertes Membranverhalten bei verschiedenen Wellenhöhen und Abweichung zu den analytisch berechneten Ergebnissen aus Abbildung 4.9. Die Membrangeometrie entspricht den Grundwerten aus Tabelle 4.7.

In Tabelle 4.9 werden die in der Literatur veröffentlichten Messwerte mit Simulationswerten verglichen und die Abweichung wird angegeben. Sie stimmen mit den Ergebnissen von [Mul91], [Shi96] überein.

Tabelle 4.9: Abweichung zwischen Simulations- und Messergebnissen

Parameter der Membran	ANDREEVA [And66]	FEODOSEV [Feo49]
Membranradius R	25 mm	76 mm
Membrandicke h	220 μm	330 μm
Wellenhöhe H_w	0,75 mm	1,4 mm
Elastizitätsmodul E	100 GPa	100 GPa
Querkontraktionszahl μ	0,3	0,3
Druck p	0 bis 40 mbar	0 bis 50 mbar
Auslenkung y_0	0 bis 2,5 h	0 bis 4 h
Abweichung Simulation - Messwerte		
Fehler im Mittel	4,8 %	4,1 %
Fehler maximal	11 ($y_0 = 2,5 \text{ h}$)%	15 % ($y_0 = 4 \text{ h}$)

Berechnung komplexer Geometrien durch FEM-Simulation

Die FEM- Simulation ermöglicht es, mehr geometrische Einflüsse im Membranverhalten zu berücksichtigen als die analytische Gleichung. Die exakte Biegelinie und das Schluckvolumen, die analytisch nur für flache Membranen genau bestimmt werden können, werden als Ergebnis der Simulation wertdiskret ausgegeben.

Ein Beispiel ist die Variation des Wellenorts. Die Länge der Welle ist auf 1 mm reduziert. Der Mittelpunkt der zwei Wellen wird über den Radius von 1 mm bis 3,5 mm verschoben. Abbildung 4.15 zeigt das Verhalten der Mittelpunktauslenkung und des Schluckvolumens bei einem Druck von 50 mbar.

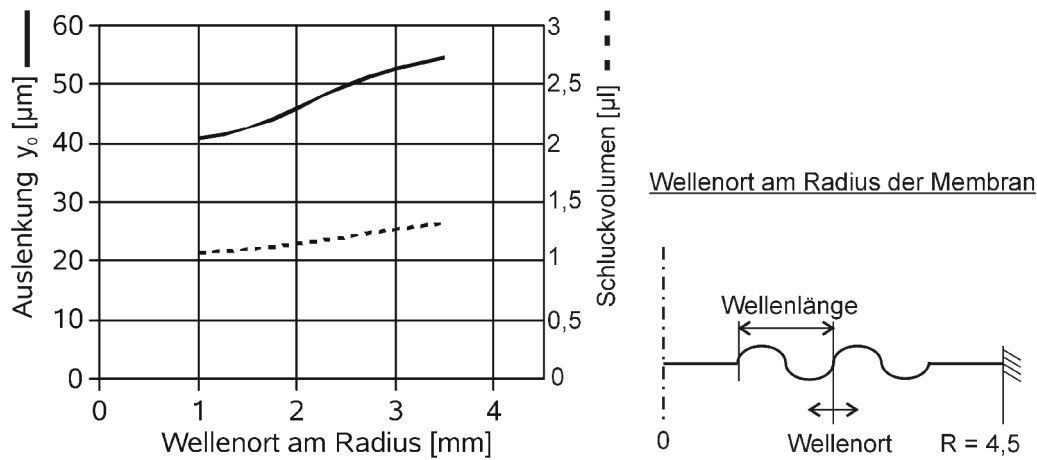


Abbildung 4.15: Auslenkung des Membranmittelpunkts und des Schluckvolumens in Abhängigkeit vom Wellenort. Die Membrangeometrie entspricht den Grundwerten aus Tabelle 4.7.

Die Nachgiebigkeit der Membran nimmt mit weiter außen liegenden Wellen um 34 % zu. Das Schluckvolumen erhöht sich um 23 %.

4.4 Ableitung analytischer Gleichungen aus Simulationsergebnissen

Das Verhalten von komplexen geometrischen Strukturen lässt sich durch analytische Gleichungen wie die Membrangleichungen nur mit Vereinfachungen beschreiben. Beispiel dafür ist die Wellenform: Ort oder inhomogene Ausprägungen der Wellen werden nicht berücksichtigt. Durch die Simulation mit finiten Elementen ist es möglich, das Verhalten von komplexen geometrischen Strukturen zu berechnen. Die Eingangsparameter und das Ergebnis liegen jedoch nur in Form diskreter Zahlenwerte vor.

Das Ableiten von analytischen Funktionen aus verbundenen Stichproben ermöglicht die Regressionsanalyse. Die Ergebnisse der numerischen Simulation entsprechen der Struktur einer verbundenen Stichprobe: eine bestimmte Menge an Eingangsparametern oder Einflussgrößen bestimmt das Ergebnis oder die Zielgröße [Seb77], [Kle06].

Abbildung 4.16 beschreibt die Vorgehensweise beim Ableiten analytischer Gleichungen aus numerischen Simulationen.

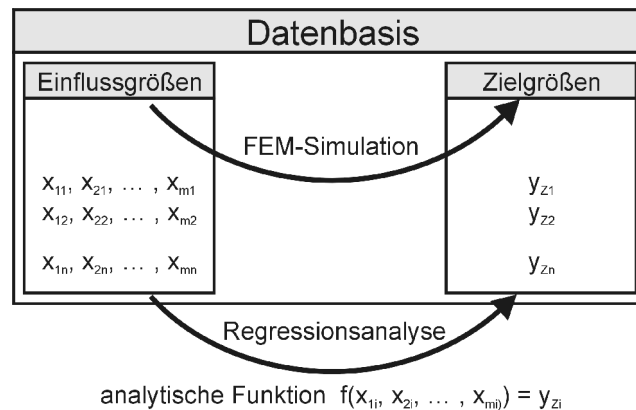


Abbildung 4.16: Ableitung analytischer Gleichungen aus FEM-Simulationen

Die Geometriedaten und Materialparameter, die das Simulationsmodell beschreiben, werden als Einflussgrößen der Regressionsanalyse aufgefasst. Das durch die Simulation für jeden Parametersatz berechnete Ergebnis ist die Zielgröße. Sie wird durch eine analytische Funktion in Abhängigkeit der Einflussgrößen dargestellt.

Der Vorteil einer analytischen Gleichung gegenüber der numerischen Simulation ist ihre schnelle Berechnung und ihre kontinuierliche Gültigkeit innerhalb eines Wertebereichs. In diesen Eigenschaften entsprechen Gleichungen, die aus Simulationen abgeleitet werden, denen, die direkt aus dem geometrischen Modell bestimmt werden. Zu beachten ist der Geltungsbereich, der durch den Raum der Einflussgrößen festgelegt ist. Nur in ihm ist die analytische Funktion gültig. Das Ergebnis der analytischen Funktion, der Schätzwert, weist an jeder Stützstelle eine Abweichung zur Zielgröße auf. Für alle Zielgrößen, die einen stetigen Verlauf aufweisen, ist das Ableiten von beschreibenden Funktionen mit beliebig kleiner Abweichung möglich.

4.4.1 Grundlagen der Regressionsanalyse

Die Regressionsanalyse fasst mathematische Verfahren und Voraussetzungen zusammen, mit denen aus verbundenen Stichproben mit einer bestimmaren Güte analytische Funktionen abgeleitet werden können. Die Voraussetzungen an die Datenbasis werden von den Verfahren der Korrelation und Regression sowie von den Gütekriterien gestellt [Seb89].

Regression und Korrelation

Für den einfachsten Fall der Regression wird ein linearer Zusammenhang zwischen Einflussgröße und Zielgröße gesucht. Dazu wird eine Funktion gebildet, die den Koeffizienten b_0 als Offset und b_1 als Steigung beinhaltet. Die Koeffizienten b_0 und b_1 berechnen sich direkt aus den Werten der Einflussgrößen und Zielgröße durch Summation und Mittelwertbildung. Die Ab-

weichung d ist die Differenz zwischen dem über die Funktion berechneten Schätzwert und dem wahren Zielwert.

Sollte die Abweichung d zu groß sein, können auch quadratische, kubische oder beliebige Funktionen zur Beschreibung der Abhängigkeit genutzt werden. Bei Funktionen höheren Grades oder mit anderer Struktur ist nur eine iterative Berechnung möglich. Die Verfahren dazu basieren auf dem JACOBI-Verfahren zur Lösung von Eigenwertaufgaben. Dabei werden, von einem Startwert ausgehend, die Koeffizienten so variiert, dass die Summe der Abweichung d minimal wird.

Gütekriterien zur Bewertung der Regression

Bei der Bestimmung der Koeffizienten, die das Verhalten einer Gesamtheit an Zielwerten y_i am besten abbildet, wird die Summe der quadrierten Abweichungen Q_{yy} zwischen Schätzwert und Zielgrößenwert minimiert. Durch die Quadrierung erhalten große Abweichungen mehr Gewicht.

$$y_i = \hat{y}_i + \delta_i \quad \hat{y}_i = \beta_0 + \beta_1 x_i \quad Q_{yy} = \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad Q_{yy} \rightarrow \min. \quad (4.21)$$

Mit dem durch Gleichung (4.21) beschriebenen Verfahren lassen sich in jede Datenbasis von verbundenen Stichproben analytische Funktionen legen. Um die Güte und damit die Nutzbarkeit der bestimmten analytischen Funktion zu überprüfen, dient das Bestimmtheitsmaß und der Korrelationskoeffizient [Kle06].

Das Bestimmtheitsmaß B nutzt, gemäß Gleichung 4.22, das Verfahren der kleinsten Quadrate und setzt die Summe der quadratischen Abweichung der Schätzwerte zu ihrem Mittelwert in Beziehung zur quadratischen Abweichung der Zielwerte zu ihrem Mittelwert.

$$B = \frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} = \frac{Q_{xy}^2}{Q_{xx} Q_{yy}} \quad 0 \leq B \leq 1 \quad (4.22)$$

Je größer das Bestimmtheitsmaß ist, desto besser ist die Anpassung der analytischen Funktion. Der Korrelationskoeffizient r trifft eine vergleichbare Aussage wie das Bestimmtheitsmaß.

$$r = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}} \quad -1 \leq r \leq 1 \quad |r| = \sqrt{B} \quad (4.23)$$

Datenbasis der Regressionsanalyse

Die Datenbasis muss die Struktur einer verbundenen Stichprobe aufweisen, so dass ein Satz Einflussgrößen $x_{1i}, x_{2i}, \dots, x_{mi}$ mit dem Zielwert y_i verknüpft ist. Durch die Interpolationstheorie ist die Mindestzahl der Stichproben bestimmt. Sie liegt für eine analytische Funktion des Grades n bei $n+1$. Um Näherungsverfahren zur Bestimmung der Koeffizienten anzuwenden, die das kleinste Fehlerquadrat nutzen, sollte die Anzahl der Stichproben mindestens um den Faktor 2 höher liegen [Seb89].

Die Stetigkeit des Verhaltens zwischen den Einflussgrößen und den Zielwerten muss gegeben sein, um deren Verhalten durch eine stetige analytische Funktion beschreiben zu können. Der Geltungsbereich der analytischen Funktion ist auf den Bereich der Datenbasis beschränkt.

Die Streuung, die bei allen empirisch ermittelten Versuchswerten auftritt, kann der Abweichung zwischen dem Simulationsergebnis und dem realen Wert gleichgesetzt werden. „Ausreißer“ bei Versuchswerten entsprechen datentechnisch verfälschten Werten. Die Streuung der Zielgrößen, die durch Simulation generiert werden, ist durch die Betrachtung des Simulationsmodells exakt erfasst. Dort ist sie einfacher und genauer zu betrachten als durch statistische Methoden im Rahmen der Regressionsanalyse. Datentechnisch verfälschte Werte lassen sich durch im Rahmen der Implementierung der Regressionsanalyse ausfiltern [Kle06].

4.4.2 Implementierung der Regressionsanalyse

Die Durchführung der nichtlinearen Regressionsanalyse erfolgt aufgrund der Datenmengen und der erwarteten Struktur der analytischen Funktion auf Basis des Mathematikprogramms Matlab. Die Software ist besonders zur Verarbeitung großer numerischer Datenmengen geeignet und unterstützt die Regressionsanalyse mit vordefinierten Funktionen [Hof94].

Die Bestimmung der Koeffizienten einer vorgegebenen Funktion erfolgt durch den Befehl „nlinfit“. Eingangsgrößen sind die vorgegebene Funktion mit ihren Koeffizienten, die Einfluss- und Zielgrößen sowie die Startwerte der Koeffizienten. Aus den Eingangsgrößen und dem kleinsten Fehlerquadrat wird eine Eigenwertaufgabe in Form einer JAKOBI-Matrix gebildet. Die Lösung erfolgt nach dem zyklischen JAKOBI-Verfahren, das für die Automatenrechnung optimiert ist. Ergebnis sind die angepassten Koeffizienten. Der Abbruchbefehl für den Iterationsprozess kann auf folgenden Kriterien beruhen: Anzahl der Iterationsschritte, Größe des Korrelationskoeffizienten oder der Konvergenz in der Reihe der Iterationsschritte [Hof94].

Durch das Bestimmtheitsmaß und den Korrelationskoeffizienten wird eine erste Aussage über die Güte der Regression getroffen. Aus einer Betrachtung der Abweichungen zwischen den jeweiligen Ziel- und Schätzwerten lassen sich weitere Aussagen gewinnen. So hilft eine Maximalwertfilterung durch Datenfehler begründete Ausreißer zu erkennen und in der Datenbasis zu überprüfen.

4 Analytische und numerische Beschreibung von Trennmembranen

Durch die Betrachtung der Korrelation der Abweichung mit den einzelnen Einflussgrößen lassen sich in der analytischen Gleichung unberücksichtigte Einflüsse detektieren.

Abbildung 4.17 zeigt die Vorgehensweise bei der Ableitung von numerischen Gleichungen aus Simulationsdaten.

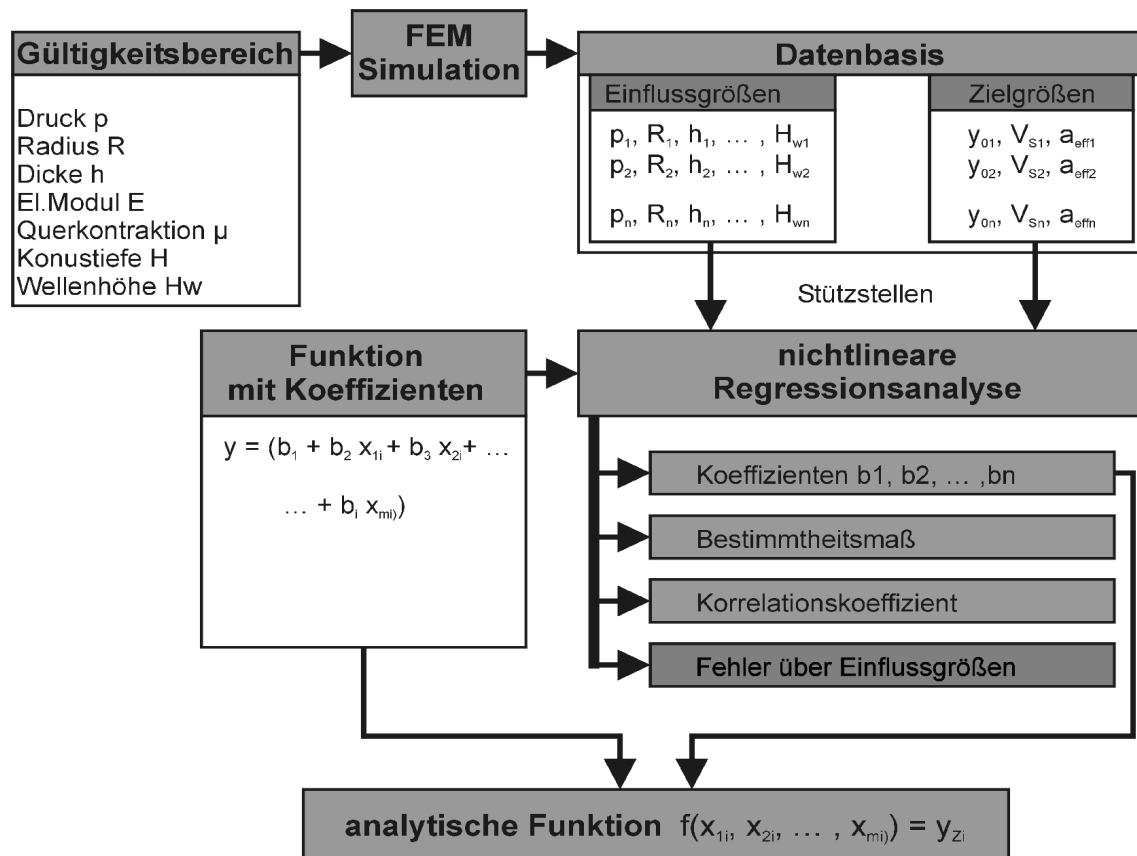


Abbildung 4.17: Vorgehensweise bei der Ableitung von analytischen Gleichungen aus Simulationsergebnissen

Ergebnisse der Regressionsanalyse

Das Verhalten der effektiven Membranfläche lässt sich bei gewellten Membranen nicht mehr aus dem geometrischen Modell heraus analytisch beschreiben, wie Gleichung (4.19) zeigt. Diese Untersuchungen sind Beispiele für die Regressionsanalyse.

Abbildung 4.18 bestätigt die von FEODOSEV tabellierten Werte, die durch die Funktion angenähert wurden. Dabei werden drei verschiedene Funktionen zur Regression angesetzt.

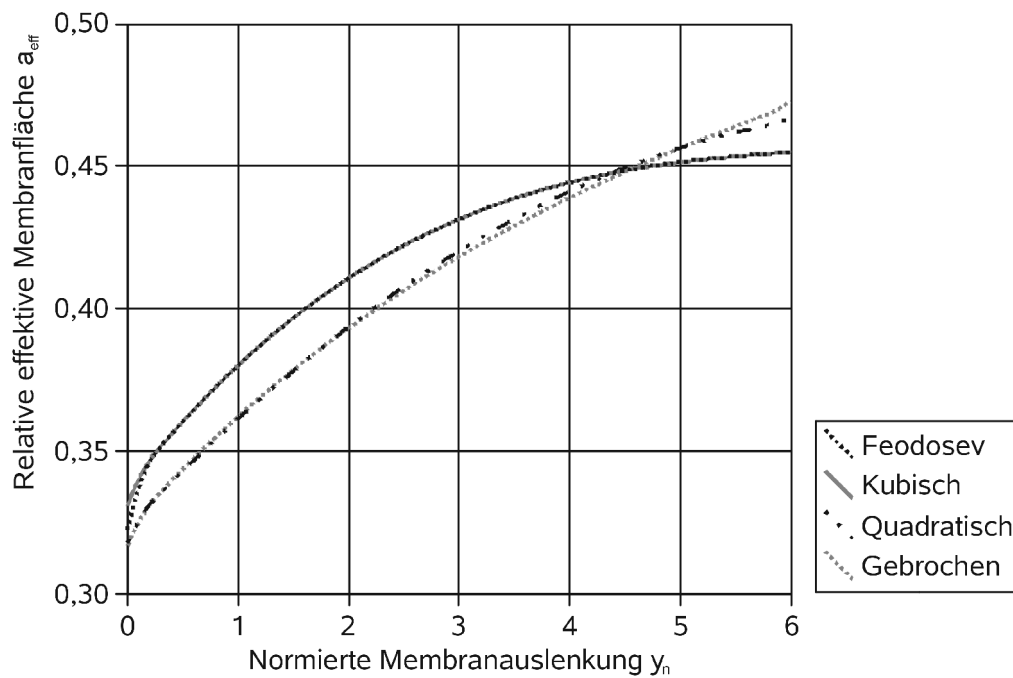


Abbildung 4.18: Näherungen für die Berechnung der relativen effektiven Membranfläche

Die kubische Funktion deckt sich fast mit den Ergebnissen von FEODOSEV [FEO49]. Die quadratische und gebrochene Funktion zeigt eine größere Abweichung. Tabelle 4.10 quantisiert die Abweichungen der Funktionen anhand der Gütekriterien Bestimmtheitsmaß und Korrelationskoeffizient.

Tabelle 4.10: Übersicht über Näherungsfunktionen der effektiven Membranfläche

	Polynom nach FEODOSEV	kubisches Polynom	quadratisches Polynom	gebrochene Funktion
Funktion $a_{\text{eff}} =$	0,331 +0,0534 y_n −0,0078 y_n^2 +0,0004 y_n^3	0,322 +0,0332 y_n +0,0017 y_n^2 −0,0060 y_n^3	0,318 +0,0434 y_n −0,0031 y_n^2	0,6544 · $\left(\frac{3,385 + y_n}{6,988 + y_n} \right)$
Anz. Stützstellen	16	23	23	23
Bestimmtheitsmaß	-	0,9997	0,9992	0,9891
Korrelationskoeff.	-	0,9998	0,9996	0,9946
Mittelwert des Fehlers	0,012 %	0,54 %	0,64 %	1,29 %
Maximaler Fehler	1,60 %	1,19 %	1,74 %	4,92 %

Die abgeleiteten Funktionen beschreiben die relative effektive Membranfläche mit einem Mittelwert des Fehlers von weniger als 1,5 %. Die gebrochene Funktion weist gegenüber den Polynomen das schlechteste Ergebnis auf. Sie zeigt aber, dass die nichtlineare Regressionsanalyse nicht an die Polynomform gebunden ist.

Das Bestimmtheitsmaß und der Korrelationskoeffizient zeigen die hohe Güte der Näherungsfunktionen an. Der Raum, in dem die simulierten Stützstellen liegen, orientiert sich am Gültigkeitsbereich aus Tabelle 3.3. Die Anzahl der Stützstellen ist für kubische Polynome völlig ausreichend.

Der Vergleich zu den Ergebnissen von FEODOSEV aus Gleichung 4.18 zeigt, dass es möglich ist, analytische Gleichungen aus Simulationsergebnissen abzuleiten und so für nicht über die Geometrie lösbare Probleme der Strukturmechanik analytische Gleichungen zu generieren. Dabei ist die Größe des Lösungsraums und die Anzahl der Stützstellen zu beachten.

Zur Beschreibung der effektiven Fläche einer gewellten Membran wird die kubische Näherungsformel erweitert. Die in Gleichung 4.24 dargestellte Form

$$a_{\text{eff}} = \left(b_1 + b_2 y_n + b_3 y_n^2 \right) \cdot \left(1 + b_4 H_{wn} + b_5 H_{wn}^2 \right) \quad y_n = \frac{y_0}{h} \quad H_{wn} = \frac{H_w}{h} \quad (4.24)$$

wird gewählt, da das Wellenprofil immer zu einem Anstieg der effektiven Membranfläche führt. Tabelle 4.11 fasst die Ergebnisse für die Näherungsfunktion der effektiven Fläche gewellter Membranen zusammen.

Tabelle 4.11: Näherungsfunktion für die effektive Membranfläche gewellter Membranen

Koeffizienten		Gütekriterien	
b_1	0,344	Anz. Stützstellen	138
b_2	0,0164	Bestimmtheitsmaß	0,9984
b_3	-0,0012	Korrelationskoeffizient	0,9992
b_4	0,0825	Mittelwert der Fehler	1,41 %
b_5	-0,0027	Maximaler Fehler	5,58 %

Die gefundene Funktion bildet eine gute Annäherung an das Verhalten der effektiven Fläche gewellter Membranen bei großen Auslenkungen. Die Gütekriterien zeigen die gute Anpassung der funktionalen Näherung an die Ergebnisse der Stützstellen, die im Gültigkeitsbereich liegen. Gegenüber den flachen Membranen erhöht sich der Fehler aufgrund der Zunahme der Komplexität der geometrischen Struktur. Die analytische Gleichung muss, um handhabbar zu bleiben, Vereinfachungen aufweisen.

Um weitere Einflüsse der geometrischen Form von Trennmembranen auf das effektive Membranverhalten darzustellen und die Übersichtlichkeit der Struktur der analytischen Gleichung zu erhalten, muss eine einheitliche Form gefunden werden. Da die effektive Membranfläche den Wert von $1/3$ nicht unterschreitet, bildet dies den Startwert. Jeder wirkende Einfluss der Geometrieparameter, wie z.B. Auslenkung, Wellenform, Konustiefe, werden als Terme der Struktur $1 + b_1 x + b_2 x^2$ berücksichtigt und multiplikativ verknüpft. Alle Geometrieparameter werden getrennt berücksichtigt. Ist ein Geometrieparameter = 0, wird der Term = 1. Tabelle 4.12 gibt die analytische Näherung der effektiven Membranfläche in Abhängigkeit der Geometrieparameter Auslenkung, Wellenhöhe und Konustiefe an. Die Einflüsse sind auf die Membrandicke normiert, der Gültigkeitsbereich entspricht dem Wertebereich von Tabelle 3.3.

Tabelle 4.12: Analytische Näherung der effektiven Membranfläche in Abhängigkeit der Geometrieparameter

Geometrieparameter	Term	Fehler
Startwert	$1/3$	-
Auslenkung y_0	$(1 + 0,0945 y_n - 0,0041 y_n^2)$	1,44 %
Wellenhöhe H_w	$(1 + 0,0611 H_{wn} - 0,0011 H_{wn}^2)$	1,30 %
Konustiefe H	$(1 - 7,147 H_n + 258 H_n^2)$	5,61 %

Mit der gefundenen Funktion ist es möglich, das Verhältnis von Schluckvolumen zur Auslenkung des Membranmittelpunktes für Wellmembranen mit Konusform zu bestimmen.

4.5 Zusammenfassender Vergleich der Darstellungsformen für Trennmembranen

Analytische Gleichungen können einen weitreichenden Gültigkeitsbereich abdecken. Sie bilden die beste Grundlage für Optimierungsrechnungen. Der Einfluss der Größen auf das Ergebnis wird direkt angezeigt.

Für Membranen mit gleichmäßiger Wellenstruktur liegt die Abweichung der Ergebnisse analytischer Gleichungen gegenüber Messwerten im Bereich der Fertigungstoleranzen. Die Genauigkeit der Vorausberechnung des Membranverhaltens ist ausreichend [Cha00], [Soi02].

Die Defizite der analytischen Gleichungen liegen in der Möglichkeit, komplexe Strukturen, die von geometrischen Grundkörpern abweichen, darzustellen. Das gleiche gilt auch für das Volumen unter der ausgelenkten Membran.

Numerische Simulationen mit finiten Elementen können, im Gegensatz zu den analytischen Gleichungen, das Verhalten komplexer Strukturen mit hoher Genauigkeit vorausberechnen. Eingangswerte und Ergebnis sind allerdings aufgrund der eingesetzten numerischen Verfahren an Zahlenwerte gebunden, so dass nur wertdiskrete Fälle gelöst werden können. Im Gegensatz

zu den analytischen Gleichungen liegt keine Lösung mit allgemeingültigem Charakter vor. Für Optimierungsaufgaben ist diese Form der wertdiskreten Lösung ungeeignet.

Durch die nichtlineare Regression ist es möglich, aus einer Menge wertdiskreter Simulationsergebnisse analytische Gleichungen abzuleiten. In dieses Verfahrens ist bereits die Überprüfung der Qualität der abgeleiteten Funktion anhand von Gütekriterien, wie dem Bestimmtheitsmaß, implementiert. Anhand des Beispiels der effektiven Membranfläche ist der Nachweis erbracht, dass die abgeleiteten analytischen Funktionen eine ausreichend geringe Abweichung zu den realen Werten aufweisen, so dass sie als Grundlage für die Optimierung der Trennmembran dienen können.

Die Umrechnung von der druckinduzierten Mittelpunktauslenkung auf das Schluckvolumen einer gewellten konischen Membran ist möglich. Dies ist ein wichtiger Baustein, um die akustische Nachgiebigkeit und das Auslenkungsverhalten von Trennmembranen zu optimieren.

Mit Hilfe der FEM-Simulation und nichtlinearen Regression ist es möglich, die Defizite der analytischen Gleichungen zu kompensieren. In Fällen, in denen eine aus der Geometrie abgeleitete Beschreibung nicht möglich ist oder nicht genau genug ist, kann über die FEM-Simulation eine analytische Gleichung abgeleitet werden. Damit ist es möglich, Membranen mit beliebigen geometrischen Strukturen, die ein stetiges Verhalten aufweisen, direkt zu optimieren.

Die Anzahl der benötigten FEM-Simulationen im Gültigkeitsbereich wird durch die Art der angesetzten Funktionen vorgegeben. Bei polynomialen Funktionen des Grades n liegt die Mindestanzahl bei $2(n + 1)$.

5 Entwurf optimierter Trennmembranen

Beim Entwurf der Trennmembran wird die Membrangeometrie so optimiert, dass möglichst alle aus dem statischen und dynamischen Sensormodell abgeleiteten Zielgrößen erreicht werden. Tabelle 5.1 fasst die Zielgrößen sowie festen und variablen Entwurfparameter zusammen.

Tabelle 5.1: Überblick über die Zielgrößen, festen und variablen Entwurfparameter von Trennmembranen

Zielgrößen	Entwurfparameter	
	<i>variabel</i>	<i>fest</i>
Nachgiebigkeit $N_a \text{ ® max.}$	Konustiefe	Radius <i>konstruktive Vorgabe</i>
Linearitätsfehler $F_{lin} < \text{konst.}$	Vorspannung	Membrandicke <i>Technologiegrenze</i>
Hysteresefehler $F_{Hyst} \text{ ® 0}$	Wellenhöhe	Elastizitätsmodul <i>Materialkennwert</i>
Unterziehvolumen $V_0 = \text{konst}$		Querkontraktionszahl <i>Materialkennwert</i>

Aufgrund konstruktiver Vorgaben und aufgrund von Technologiegrenzen gibt es feste Entwurfparameter und variable Entwurfparameter. Die variablen Entwurfparameter werden auf Basis der analytischen Gleichungen so eingestellt, dass die Zielgrößen in vorgegebenen Wertebereichen liegen oder Maximalwerte annehmen.

Zielgrößen des Entwurfs gefügter Trennmembranen sind die Maximierung der Nachgiebigkeit und ggf. die Einhaltung einer Obergrenze des Linearitätsfehlers. Bei galvanisch gefertigten Membranen erweitert sich die Optimierungsaufgabe um die Auslegung des Unterziehvolumens im unausgelenkten Zustand, das die Auslenkung der Trennmembran bei niedrigen Temperaturen garantiert. Feste Entwurfparameter sind der Membranradius und die Membrandicke sowie der Elastizitätsmodul und die Querkontraktionszahl. Als variable Parameter verbleiben die geometrischen Größen der Wellenhöhe und der Konustiefe sowie die Vorspannung der Membran, die in der galvanisch abgeschiedenen Schicht wirkt.

Schwierigkeiten des Entwurfs sind, bei sich widersprechenden Entwurfskriterien ein Optimum zu finden und die Abhängigkeiten der Parameter und Variablen in ihrer Gesamtheit zu berücksichtigen. Es ist nicht garantiert, dass die Zielgrößen durch Anpassung der variablen Entwurfparameter erreicht werden. Ist dies nicht der Fall, muss im Rahmen des Sensormodells und der konstruktiven Vorgaben eine Anpassung der Konstruktion vorgenommen werden.

Grundlage der Optimierung sind die analytischen Gleichungen zur Beschreibung des Membranverhaltens. Mit dieser Form der Darstellung ist eine direkte Optimierung möglich. Aufwendige Entwurfs- und Optimierungsverfahren, die einen Lösungsraum diskret abtasten, z. B. mit Hilfe evolutionärer Algorithmen, werden nicht angewendet.

5.1 Strukturierung der Optimierungsaufgabe

Der Entwurfsprozess einer galvanogeformten Trennmembran umfasst zwei Optimierungsaufgaben: Das definierte Anheben der Membran durch Zusammenwirken von Konustiefe und inneren Spannungen und die Maximierung der akustischen Nachgiebigkeit der Membran [Oho01].

Die erste Optimierungsaufgabe betrifft nur galvanisch gefertigte Trennmembranen und wird vor der Maximierung der akustischen Nachgiebigkeit durchgeführt. Die Position der Trennmembran im drucklosen Zustand muss so eingestellt werden, dass ein definiertes Volumen zwischen Membranbett und Membran vorhanden ist. Damit wird ein definiertes dynamisches Verhalten und eine Auslenkung bei niedrigen Temperaturen gewährleistet. Die Einstellung der Lage der Trennmembran im drucklosen Zustand schränkt den Gestaltungsraum der Membrangeometrie zur Optimierung der Nachgiebigkeit ein.

Die zweite Optimierungsaufgabe umfasst die Maximierung der akustischen Nachgiebigkeit der Trennmembran. Sie kann durch die Einhaltung einer Obergrenze für den Linearitätsfehler erweitert sein. Dieser Arbeitsschritt muss für gefügte und monolithisch gefertigte Trennmembranen durchgeführt werden.

Ausgangspunkt beider Optimierungen ist das im statischen Sensormodell berechnete Schluckvolumen V_S und das Unterziehvolumen V_0 . Das Schluckvolumen ist die Menge an Füllmedium, die die Membran aufgrund der Temperaturschwankungen aufnehmen muss. Das Unterziehvolumen ist die Menge an Füllmedium, die sich zwischen Membran und Membranbett befinden muss, um in allen regulären Betriebszuständen eine Funktion des Drucksensors zu gewährleisten.

Tabelle 5.2 gibt einen Überblick über die Parameter und Variablen der Optimierung. Die zur Einstellung der Anhebung der galvanotechnisch gefertigten Membran im druckfreien Zustand benötigten Größen sind grau unterlegt.

Tabelle 5.2: Entwurfsgrößen zur Optimierung von Trennmembranen. Grau unterlegt die zusätzlichen Entwurfsgrößen von galvanogeformten Trennmembranen

Entwurfsgrößen	Beschreibung
Zielgrößen	Erreichen durch Optimierung der variablen Entwurfparameter
Unterziehvolumen V_0	Volumen zwischen Membran und Membranbett in drucklosem Zustand Optimierungsziel: definiertes Volumen
Druck p	im Inneren des Sensors, der durch Auslenkung der Membran hervorgerufen wird Optimierungsziel: Minimum \square Nachgiebigkeit: Maximum
Linearitätsfehler F_{lin}	ggf. durch Obergrenze beschränkt
Hystereseverhalten F_{Hyst}	Es darf keine Hysterese auftreten, da Hysteresefehler schwer kompensierbar sind.
variable Entwurfparameter	Quantifizierung durch den Entwurf
Konustiefe H	ermöglicht die Anhebung monolithischer Membranen, begünstigt ein Hystereseverhalten
Vorspannung T	ermöglicht die Anhebung monolithischer Membranen, Einstellung durch die galvanische Abscheidung
Wellenhöhe H_w	Optimiert das Membranverhalten: Nachgiebigkeit und Linearitätsfehler
feste Entwurfparameter	Festlegung vor der Optimierung aus dem Entwurf heraus
Schluckvolumen V_s	Volumen, das die Membran bei maximaler Ausdehnung des Füllmediums aufnehmen muss
Radius R	Vorgabe durch Entwurf des Sensorgehäuses
Membrandicke h	Einschränkung durch die technologische Grenze bei der galvanischen Fertigung von Trennmembranen
Elastizitätsmodul E	Vorgabe durch Membranmaterial
Querkontraktionsszahl μ	Vorgabe durch Membranmaterial

5.2 Einstellung der Membranlage im druckfreien Zustand

Die Lage der Trennmembran im druckfreien Zustand wird durch das Zusammenwirken von einer konischen oder konkaven Membranform mit in der Membran wirkenden Zugspannungen, die eine Verkürzung der Membran bewirken, erzielt.

Abbildung 5.1 beschreibt den Optimierungsvorgang und die verwendeten Entwurfsgrößen.

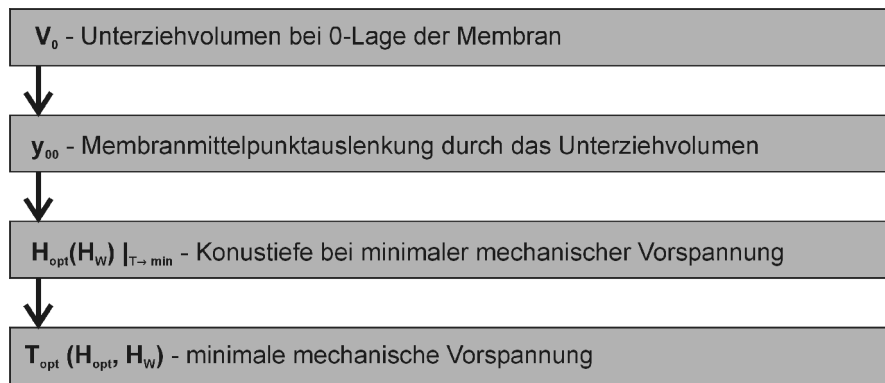


Abbildung 5.1: Ablauf der Optimierung der Anhebung monolithischer Trennmembranen

Aus dem statischen Sensormodell werden das Unterziehvolumen V_0 und die resultierende Anhebung der Membran durch die Konusform und die inneren Spannungen bestimmt. Da die Anhebung nicht aufgrund eines Druckes erfolgt, beträgt die aktive Membranfläche, entsprechend der Kegelform, 1/3 der Grundfläche. Die Abhängigkeit der Membranmittelpunktauslenkung y_{00} vom Unterziehvolumen V_0 wird geometrisch definiert:

$$y_{00} = \frac{3 V_0}{R^2 \pi} \quad . \quad (5.1)$$

Die Umrechnung in die Mittelpunktauslenkung ermöglicht es, die Membrangleichung (4.13) zu lösen. Da das Verhalten aufgrund der Eigenspannungen T_{vor} untersucht wird, ist der wirkende Druck $p = 0$. Die konkave Membranform ist der konischen vorzuziehen. Sie zeigt eine geringere Eigensteifigkeit, weil die Membranmitte einen stumpferen Winkel aufweist. Abbildung 5.2 zeigt die Mittelpunktanhebung um 50 μm einer konkaven Membran bei verschiedenen Wellenhöhen H_W in Abhängigkeit von der Konustiefe.

Für die geforderte Anhebung des Membranmittelpunktes von 50 μm existiert eine optimale Konustiefe H_{opt} . Bei diesem Wert sind die benötigten inneren Spannungen am geringsten. Eine zu flache Membran muss bezüglich ihrer geringen Konustiefe zu stark verformt werden. Eine stark konische Membran besitzt eine hohe Eigensteifigkeit, die wiederum verformt werden muss. Diese beiden Effekte führen zur Erhöhung der Zugspannungen T_{vor} .

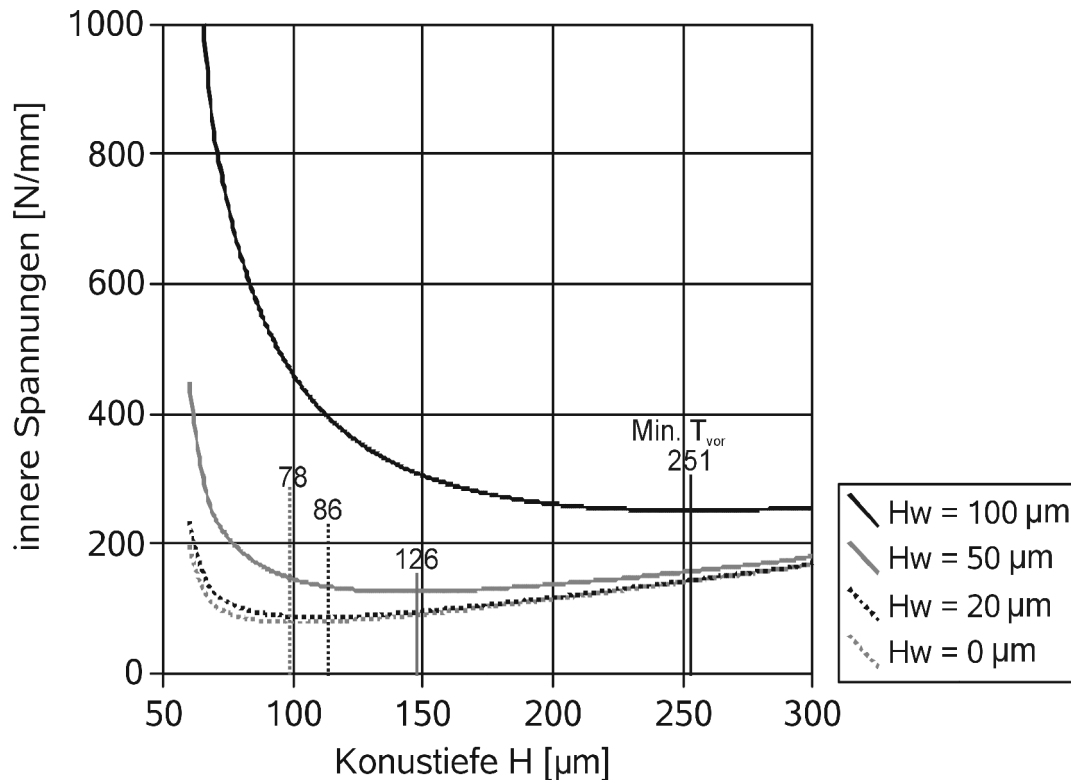


Abbildung 5.2: Benötigte Eigenspannungen zum Anheben einer Membran um $50 \mu\text{m}$ in Abhängigkeit von der Konustiefe. Die Membrangeometrie entspricht den Grundwerten aus Tabelle 4.7.

Die Konustiefe H und die zur Anhebung y_{00} benötigten inneren Spannungen sind von der Wellenhöhe abhängig. Mit steigender Wellenhöhe nehmen die benötigten inneren Zugspannungen und die Konustiefe zu.

Um im nächsten Optimierungsschritt eine möglichst große Nachgiebigkeit der Membran zu erzielen, ist das Minimieren der inneren Spannungen notwendig. Die Membrangleichung (4.13) wird nach den Zugspannungen T_{vor} aufgelöst und nach der Konustiefe H abgeleitet. Am Minimum der Spannung wird die optimale Konustiefe H_{opt} erreicht.

Ergebnis der Optimierung der Konusform ist eine von der Wellenhöhe abhängige Konustiefe $H_{\text{opt}}(H_W)$, für die die inneren Spannungen ein Minimum annehmen $T_{\text{vor}} \square \text{min}$. Entsprechend ist der zugehörige Wert $T_{\text{opt}}(H_W)$ zu berechnen, der auch von der Wellenhöhe H_W abhängig ist. Alle Entwurfsvariablen sind damit von der Wellenhöhe H_W abhängig.

5.3 Instabilität konischer Membranen

Für den Einsatz als Trennmembran ist die mechanische Stabilität konischer Membranen von entscheidender Bedeutung, da ein Hystereseverhalten nicht in der Signalverarbeitungskette des Sensorsystems kompensiert werden kann.

Bei der Betrachtung der Auslenkung einer konkaven Membran in Abhängigkeit vom wirkenden Druck entsteht durch die Hysterese eine uneindeutige, unstetige Funktion [Lei68]. In der angepassten Darstellungsform wird der Druck über der Auslenkung aufgetragen, damit die Eindeutigkeit hergestellt ist [Feo49]. Abbildung 5.3 zeigt das Hystereseverhalten konkaver Membranen in Abhängigkeit der Konustiefe in normierter Form.

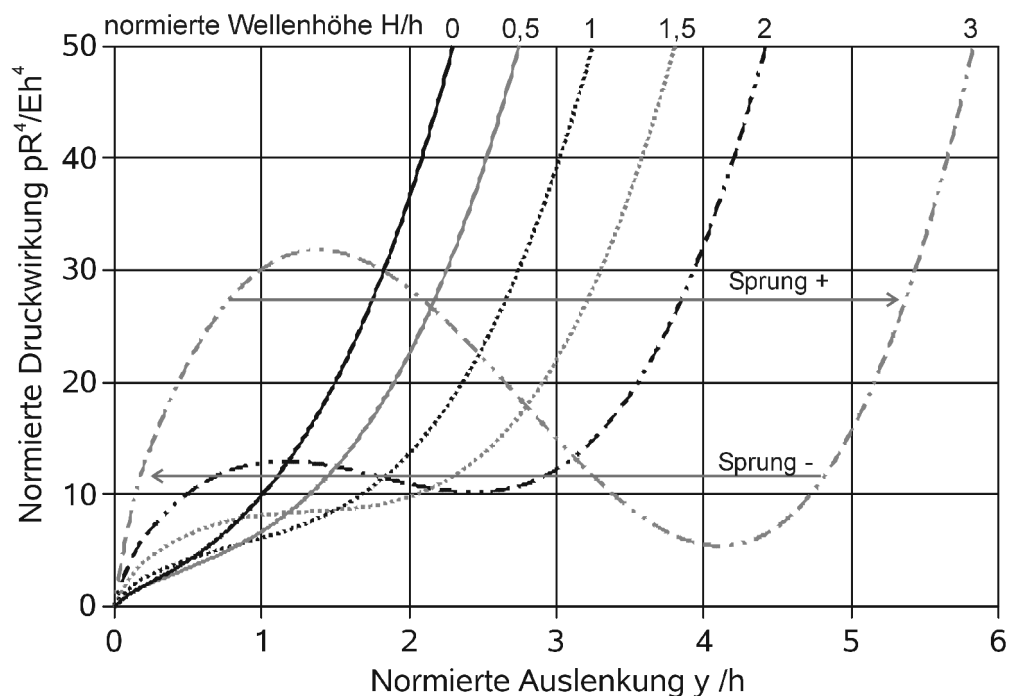


Abbildung 5.3: Normiertes Hystereseverhalten konischer Membranen

Bis zu einer Konustiefe der 1,5-fachen Plattendicke treten keine Hystereseeffekte auf. Wegen der direkten Abhängigkeit von der Membrandicke sind besonders dünne Membranen für Hystereseeffekte anfällig. Bei ansteigendem Druck ist bei 75 % des ersten lokalen Maximums der Sprung zur nächsten steigenden Flanke zu erwarten. Bei abfallendem Druck erfolgt bei ca. 25% des lokalen Minimums der Rücksprung zur fallenden Flanke.

Bei galvanogeformten Trennmembranen liegt in den wenigsten Fällen eine flache Struktur vor. Deshalb wird in Abbildung 5.4 der Einfluss von Wellen und Vorspannung auf das Hystereseverhalten konkaver Membranen gezeigt.

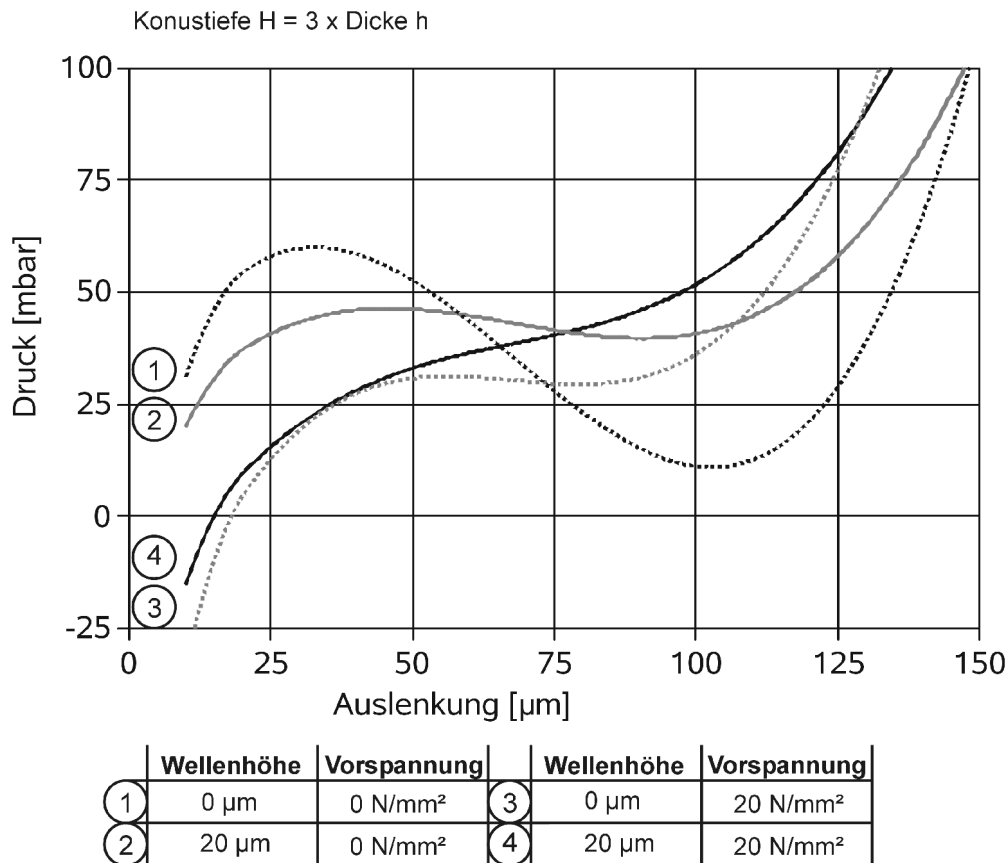


Abbildung 5.4: Einfluss von Vorspannung und Wellenhöhe auf das Hystereseverhalten einer konkaven Membran. Die Membrangeometrie entspricht den Grundwerten aus Tabelle 4.7.

Sowohl durch die Wellenform als auch durch die Vorspannung wird das Hystereseverhalten reduziert. Eine Überlagerung verstärkt den Effekt. Aufgrund der Vorspannung und der Konusform der Membran besteht bereits im drucklosen Zustand eine Auslenkung der Membran. Dies zeigt sich am negativen Druck, der notwendig ist, um die vorgespannten Membranen in die 0-Lage zu bringen [Lei80], [Van98].

Durch die Konusform der galvanisch gefertigten Trennmembran, die zum Einstellen der Null-Lage notwendig ist, besteht die Möglichkeit eines unstetigen Membranverhaltens. Die zum Erreichen der Null-Lage notwendige innere Spannung verringert genauso wie die Wellenform die Neigung zur Hysterese. Damit ist es möglich, auch dünne konusförmige Trennmembranen so auszulegen, dass keine Hysterese auftritt.

5.4 Optimierung des druckabhängigen Auslenkungsverhaltens

Die Optimierung des druckabhängigen Verhaltens ist bei gefügten Membranen der einzige Optimierungsschritt. Bei konischen Membranen folgt sie nach der Dimensionierung der Konustiefe und der Vorspannungen in Abhängigkeit der Wellenhöhe. Tabelle 5.3 zeigt die Entwurfsgrößen für die Optimierung der Nachgiebigkeit und verdeutlicht die Verknüpfung der Entwurfsvariablen mit der Wellenhöhe H_W .

Tabelle 5.3: Entwurfsgrößen zur Optimierung der Nachgiebigkeit gefügter und monolithischer Membranen

Entwurfsgrößen	gefügte Membran	monolithische Membran
Zielgrößen		
Unterziehvolumen	0	V_0
Druck \Rightarrow min.	p	
Linearitätsfehler $<$ konst.	F_{lin}	
Hystereseverhalten ≈ 0	F_{Hyst}	
variable Entwurfparameter		
Konustiefe	0	$H_{opt}(H_W)$
Vorspannung	0	$T_{vor\ opt}(H_W)$
Wellenhöhe	H_W	
feste Entwurfparameter		
Radius	R	
Membrandicke	h	
Elastizitätsmodul	E	
Querkontraktionszahl	μ	

Abbildung 5.5 zeigt den Ablauf der Optimierung des druckabhängigen Auslenkungsverhaltens der Trennmembran.

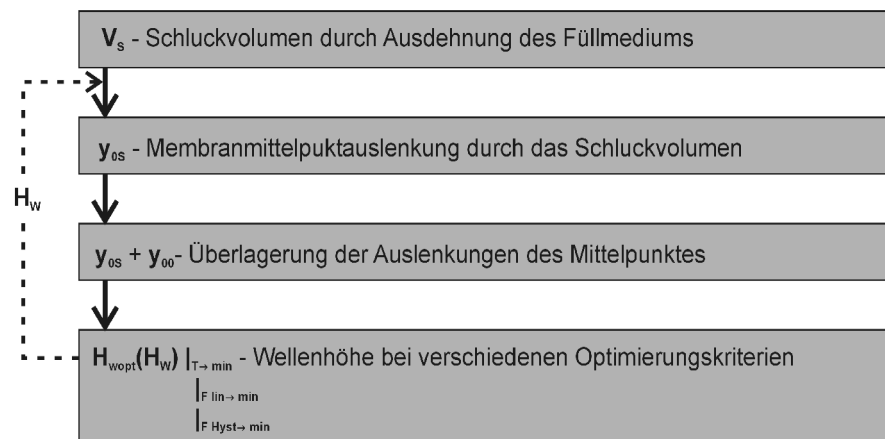


Abbildung 5.5: Ablauf der Optimierung des Auslenkungsverhaltens einer Trennmembran

Die Optimierung beginnt mit der Berechnung der Auslenkung des Membranmittelpunktes y_{os} aufgrund des temperaturbedingten Volumenanstiegs des Füllmediums, der durch das statische Sensormodell ermittelt wird. Bei dieser Auslenkung handelt es sich im Gegensatz zur Anhebung durch Vorspannung der Membran um eine druckinduzierte Auslenkung, so dass die effektive Membranfläche variabel gemäß Tabelle 4.12 ist. Sie ist von der Auslenkung der Membran, der Wellenhöhe und der Konustiefe abhängig. Da die Optimierung des Membranverhaltens durch Anpassung der Wellenhöhe erfolgt, kann zu Beginn der Optimierung keine endgültige Festlegung erfolgen.

Als Startwert werden die Wellenhöhe und die Konustiefe auf 0 gesetzt. Die Optimierung der Wellenhöhe muss iterativ erfolgen. Die jeweils ermittelten Werte für die Wellenhöhe werden zur Berechnung der Auslenkung y_{os} durch Bestimmung der effektiven Membranfläche genutzt. Abhängig von der Wellenhöhe wird auch die Konustiefe bei der Berechnung der effektiven Membranfläche mit berücksichtigt. Die Grundlage zur Berechnung der effektiven Membranfläche bildet die Näherung aus Tabelle 4.12.

Insbesondere bei einem linearen Verhalten ist jedoch nur noch eine geringe Abweichung des Ergebnisses zu erwarten. Die Abweichung durch das Vernachlässigen der Wellen- und Konusform bewirkt, dass die effektive Membranfläche als kleiner angenommen wird und damit die Membran nachgiebiger ist als berechnet.

Aufgrund der Struktur der Membrangleichung als kubische Gleichung 4.13 erfolgt die Berechnung der Nachgiebigkeit durch Vorgabe der Auslenkung y_0 . Zur druckinduzierten Auslenkung y_{os} ist bei galvanogeformten Membranen noch die Auslenkung y_{00} durch die Zusammenwirkung von Konusform und Vorspannung zu addieren. Die höchste Nachgiebigkeit wird erreicht, sobald die gewünschte Auslenkung y_0 mit dem minimalen Druck p erreicht wird.

Bei gefügten Membranen nehmen die Vorspannung und die Konustiefe einen festen Wert an. Ist dieser Wert gleich Null, wird die maximale Nachgiebigkeit erreicht und eine Hysterese vermieden. Bei monolithischen Membranen wird die Konustiefe und die Vorspannung durch von der Wellenhöhe abhängige Funktionen $H_{\text{opt}}(H_W)$ und $T_{\text{vor opt}}(H_W)$ ausgedrückt.

Abbildung 5.6 zeigt den Druck, der hervorgerufen wird, wenn die Membran eine Flüssigkeitsmenge von $0,87 \mu\text{l}$ aufnehmen muss, in Abhängigkeit der Wellenhöhe H_W . Im darunterliegenden Diagramm ist der Linearitätsfehler in Abhängigkeit der Wellenhöhe H_W aufgetragen.

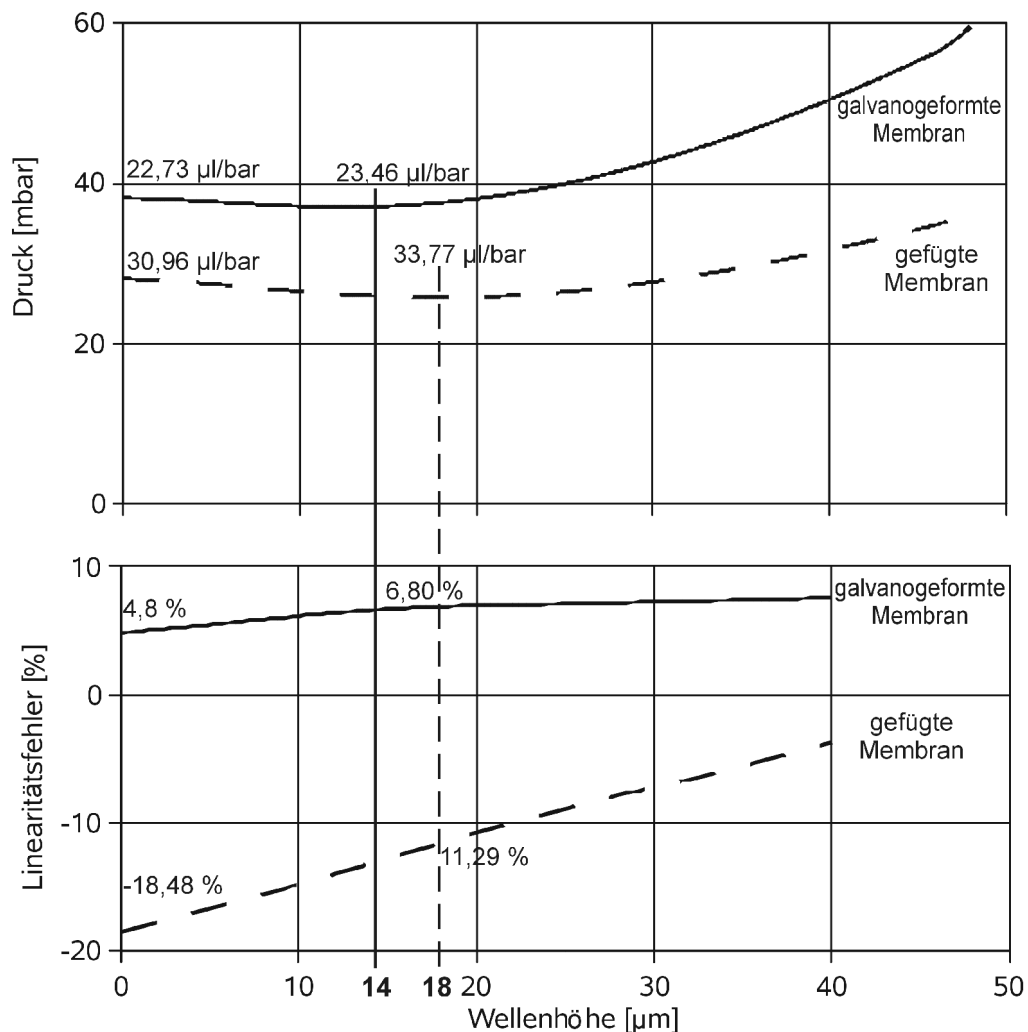


Abbildung 5.6: Auslenkungsverhalten und Linearitätsfehler einer monolithischen und einer gefügten Trennmembran. Die Membrangeometrie entspricht den Grundwerten aus Tabelle 3.5.

Die monolithische Membran weist aufgrund der Konusform und der Zugspannungen eine geringere Nachgiebigkeit auf als eine gefügte Membran mit gleichen Materialkennwerten und geometrischen Abmessungen. Aufgrund der Zugspannungen weist das Verhalten der galvanogeformten Trennmembran einen geringeren Linearitätsfehler auf als das der gefügten Trennmem-

bran. Bei gefügten Trennmembranen ist die Abnahme des Linearitätsfehlers mit der Zunahme der Wellenhöhe wesentlich stärker ausgeprägt als bei galvanogeformten Trennmembranen.

Die optimale Konustiefe der monolithischen Membran liegt bei $84\text{ }\mu\text{m}$ und die Vorspannung bei 53 MPa .

Die Wellenhöhe, bei der die maximale Nachgiebigkeit vorliegt, beträgt bei der monolithischen Trennmembran $14\text{ }\mu\text{m}$ und bei der gefügten $18\text{ }\mu\text{m}$.

Aufgrund der geringen Wellenhöhe ist der Einfluss jedoch gering und liegt bei $5\text{ }\%$ bzw. $8\text{ }\%$. Da durch die Berücksichtigung der Wellen die effektive Membranfläche steigt, stellt die Vernachlässigung der Wellen eine Sicherheitsreserve dar. Bei einem Einfluss der Wellenhöhe von weniger als $10\text{ }\%$ kann sie vernachlässigt werden, ohne schwere Störungen im Membranverhalten hervorzurufen.

Im Laufe der Iterationsschritte verändert sich die aktive Membranfläche. Die Nachgiebigkeit und die Wellenhöhe nähern sich einem Grenzwert an.

5.5 Zusammenfassung des Entwurfs von Trennmembranen

In diesem Kapitel wurde auf Basis der in Kapitel 4 eingeführten analytischen Gleichungen ein umfassendes Optimierungswerkzeug für den Entwurf von Membranen entwickelt. Grundlage der Optimierung sind die aus dem statischen und dynamischen Sensormodell abgeleiteten Zielgrößen des Membranentwurfs. Das Optimierungswerkzeug ermöglicht den Entwurf sowohl von konventionell gefertigten gefügten Membranen als auch von im galvanischen Prozess gefertigten monolithischen Membranen. Bei diesen wird durch Optimieren der Konustiefe und Einstellen der mechanischen Vorspannung eine definierte Anhebung der Membran aus dem Membranbett im druckfreien Zustand erreicht. Für beide Arten von Membranen wird die Nachgiebigkeit und der Linearitätsfehler durch Variation der Wellenhöhe optimiert. Durch eine Iteration wird der Einfluss der Konustiefe und Wellenhöhe auf die effektive Membranfläche berücksichtigt.

Die Nachgiebigkeit der monolithischen Membran ist aufgrund der Eigenspannungen um $30\text{ }\%$ höher als die der gefügten Membran und liegt bei $23,5\text{ }\mu\text{l/bar}$. Der Membranradius beträgt $4,5\text{ mm}$ und die Membrandicke $25\text{ }\mu\text{m}$.

Für den Entwurf konventioneller Trennmembranen sind die elastomechanischen Grundlagen so aufbereitet, dass ein gezielter Entwurf bezüglich Nachgiebigkeit, Linearitätsfehler und Stabilität des Auslenkungsverhaltens erfolgen kann.

Für das neuartige Fertigungsverfahren der Galvanoformung von Trennmembranen steht eine Entwicklungsumgebung zur Verfügung, die das elastomechanische Verhalten so zusammenfasst, dass eine für den Anwendungsfall optimierte Auslegung der Bauteile erfolgt. Bauteilform

und gezielt eingebrachte mechanische Vorspannungen werden so dimensioniert, dass eine definierte Auslenkung erfolgt. Darüber hinaus können Nachgiebigkeit, Linearitätsfehler und Stabilität angepasst werden.

6 Untersuchung der Niederschläge aus Nickelsulfamatelektrolyten

Die Untersuchung von Niederschlägen aus Nickelsulfamatelektrolyten beschreibt die zur Herstellung einer galvanisch abgeschiedenen Trennmembran relevanten Eigenschaften der Metallschicht und stellt den Zusammenhang zwischen den in Abbildung 6.1 dargestellten Eingangsgrößen und Ausgangsgrößen her. Ziel ist es, die für die Herstellung von Trennmembranen relevanten Eigenschaften der Ausgangsgrößen durch richtige Wahl der Eingangsgrößen zu erreichen und durch Modellbildung eine schnelle Einstellung zu ermöglichen.

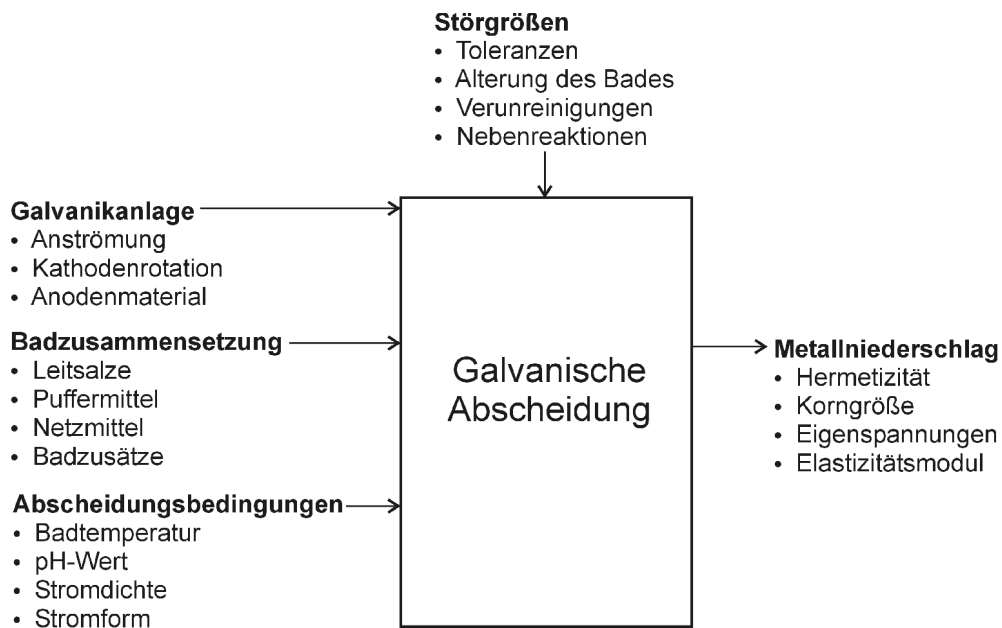


Abbildung 6.1: Eingangs- und Ausgangsgrößen bei der galvanischen Abscheidung

Die galvanische Abscheidung wird in Abbildung 6.1 als Black-Box-Modell dargestellt. Eine exakte Modellierung des galvanischen Prozesses nach Art einer Funktionsstruktur ist nicht möglich. Die maßgeblichen Einflüsse der Eingangsparameter auf die mechanischen Werkstoffeigenschaften Eigenspannungen und Elastizitätsmodul sowie die Schichteigenschaften Porösität und die damit verbundene Hermetizität werden identifiziert und quantifiziert. Die grundlegenden physikalischen und chemischen Prozesse der galvanischen Abscheidung werden kurz einge-

führt, die Messverfahren und -aufbauten beschrieben und die Messergebnisse im Vergleich zur Fachliteratur diskutiert. Ziel ist es, durch geeignete Messverfahren die Werkstoffeigenschaften der galvanischen Schicht prozessnah zu bestimmen.

Das in dieser Arbeit vorgestellte Untersuchungsergebnis erhebt nicht den Anspruch auf Allgemeingültigkeit. Fundamentale und abschließende Untersuchungen der Einflussfaktoren auf Nickelabscheidungen bedürfen eines wesentlich größeren zeitlichen und gerätetechnischen Aufwandes, insbesondere bei der Betrachtung von Störgrößen, die in dieser Untersuchung vernachlässigt werden. Der große Einfluss dieser Störgrößen wird durch die unterschiedlichen Ergebnisse der in der Fachliteratur veröffentlichten Untersuchungen von HAMMOND und BRUGGER deutlich [Ham64], [Bru84].

6.1 Grundlegende Vorgänge bei der galvanischen Abscheidung

Zum besseren Verständnis der Mechanismen des galvanischen Abscheidungsprozesses, der zur Einstellung der Eigenschaften galvanisch abgeschiedener Nickelschichten gezielt beeinflusst wird, werden grundlegenden Vorgänge beim galvanischen Prozess in Abschnitt 6.1 erläutert.

Bei der galvanischen Abscheidung von Metallen handelt es sich um eine chemische Redoxreaktion. Positiv geladene Metallionen aus Metallsalzen in wässriger Lösung werden durch ein elektrisches Feld an die Kathode gezogen und unter Aufnahme von Elektronen zu einem Metallatom rekombiniert. Das verbleibende negativ geladene Säureion gibt ein oder mehrere Elektronen an der Anode ab und löst durch seine reduzierende Wirkung ein Metallion aus [Chr71].

Bei der technischen Nutzbarkeit des galvanischen Effektes sind zum einen die chemischen Eigenschaften des Bades, insbesondere des oder der Metallsalze, sowie die physikalischen Eigenschaften der galvanisch abgeschiedenen Metallschicht von Bedeutung. Zur Abscheidung von Nickel sind Sulfat-, Sulfamat – und Chloridbäder am weitesten verbreitet [Gai88], [Jel97].

6.1.1 Beschreibung des Nickelelektrolyten zur galvanischen Abscheidung

Die für die galvanische Abscheidung eingesetzten Elektrolyte bestehen aus einem oder mehreren in einer Flüssigkeit gelösten Metallsalzen. Bei der Flüssigkeit handelt es sich meistens um Wasser, es sind jedoch auch Alkohole oder andere organische Lösungsmittel wie Toluol möglich. Die Verbindung von Metall und Säurerestion wird gelöst, wobei die Kovalenzbindungen unter Aufnahme von Wasser gespalten werden. Es stellt sich eine Wertigkeit Z des Metalls ein, die die Anzahl der fehlenden Elektronen beschreibt.

Um ein elektrisch geladenes Ion bildet sich infolge elektrostatischer Kräfte eine Hydrathülle aus.

Das Verhältnis der in gelöstem Zustand vorliegenden Moleküle zu ihrer Gesamtzahl wird als Dissoziationsgrad α bezeichnet [Gai88].

$$\alpha = \frac{\text{Zahl der dissoziierten Moleküle}}{\text{Gesamtzahl der Moleküle}} \cdot 100 \quad [\%] \quad (6.1)$$

Die elektrische Leitfähigkeit einer Flüssigkeit wird zum einen durch die Konzentration der in ihr enthaltenen Ladungsträger und zum anderen durch die Bewegungsgeschwindigkeit dieser Ladungsträger bestimmt. Die Bewegungsgeschwindigkeit der Ladungsträger ist abhängig von der elektrischen Feldstärke. Typische Wanderungsgeschwindigkeiten liegen im Bereich von 11,34 cm/h (H^+) und 6,1 cm/h (OH^-) [Kan00], [Jel97].

Darüber hinaus beeinflussen die chemischen Eigenschaften der Ladungsträger die Leitfähigkeit:

- Die unterschiedliche Wertigkeit der Ionen führt zu einer Vervielfachung der Leitfähigkeit.
- Durch Hydrathüllen abgeschirmte Ionen liefern keinen Beitrag zum Stromtransport.
- Durch Erhöhen der Ladungsträgerkonzentration kommt es ab einem Grenzwert zu einer gegenseitigen Behinderung, so dass die Leitfähigkeit wieder abfällt.
- zusätzliche Stoffe im Elektrolyten, die mit den Ionen Verbindungen eingehen, beeinflussen ebenfalls die Leitfähigkeit.

Aufgrund dieser verschiedenartigen Einflüsse ergeben sich Leitfähigkeiten im Bereich von 4,9 S m^{-1} bis 65,7 S m^{-1} [Kan00].

Der pH-Wert gibt die Konzentration von H_3O^+ - und OH^- - Ionen in wässrigen Lösungen, wie den galvanischen Bädern, in einheitenloser logarithmischer Form an.

6.1.2 Vorgang der galvanischen Metallabscheidung

Sobald ein Metallstück in ein geeignetes Lösungsmittel eingetaucht wird, lösen sich Metallionen, die stets positiv geladene Kationen sind. Die beim Lösungsvorgang überschüssigen Elektronen verbleiben im festen Metall und führen zu einer negativen Aufladung bis zu einem für jedes Metall spezifischen Wert, der den elektrolytischen Lösungsdruck beschreibt.

Jeder Stoff ist bestrebt aus einem konzentrierten in einen verdünnten Zustand überzugehen. Dieses Verhalten wird als osmotischer Druck bezeichnet. In Lösung befindliche Metallionen reduzieren deshalb unter Aufnahme von Elektronen zu Metallatomen, um ihre Konzentration in der Lösung zu verringern.

Der elektrolytische und der osmotische Druck ermöglichen erst die galvanische Abscheidung: Durch den elektrolytischen Lösungsdruck gehen Metallatome unter Abgabe von Elektronen in ionisierter Form in Lösung und können sich durch den osmotischen Druck unter Aufnahme von Elektronen als Metallatome wieder niederschlagen.

Werden zwei Metallelektroden in ein galvanisches Bad eingetaucht, bildet sich aufgrund des elektrolytischen Lösungsdrucks und des osmotischen Drucks zwischen ihnen eine elektrische Spannung, die Normalspannung U_N , aus. Durch Anlegen einer externen Spannung an die Metallelektroden wird ein gerichteter Materialtransport hervorgerufen.

Durch das Anlegen einer externen elektrischen Spannung an die zwei eingetauchten Metallelektroden kommt es, wie Abbildung 6.2 zeigt, zu einem gerichteten Fluss von Elektronen, so dass der elektrolytische Lösungsdruck an der Anode und der osmotische Druck an der Kathode verstärkt werden. Metallatome werden aus der Anode herausgelöst, ionisiert, im galvanischen Bad transportiert und an der Kathode wieder zu Metallatomen reduziert [Gai88].

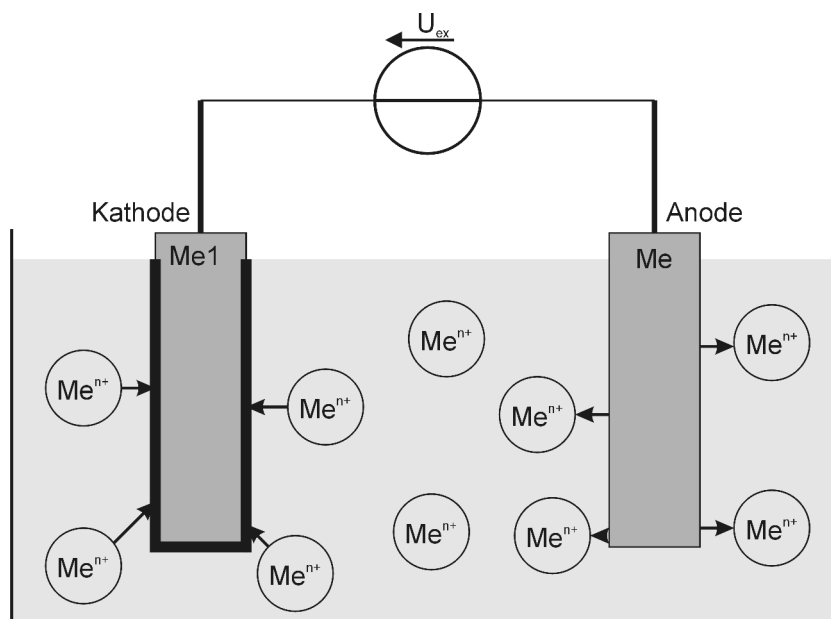


Abbildung 6.2: Transport von Metallatomen durch Anlegen einer externen Spannung

Es stellt sich eine Überspannung $U_{\ddot{U}}$ ein, die als Differenz zwischen der angelegten Spannung U_{ex} und dem Normalpotential U_N definiert ist [Kan00]

$$U_{\ddot{U}} = U_{ex} - U_N \quad . \quad (6.2)$$

Die FARADAY'sches Gesetze

Die FARADAY'schen Gesetze beschreiben den Zusammenhang zwischen der elektrischen Energie und der galvanisch abgeschiedenen Stoffmenge.

1. FARADAYSCHES Gesetz

„Die an einer Elektrode abgeschiedene Stoffmenge ist der durch den Elektrolyten geflossenen Menge elektrischer Ladung direkt proportional.“

Unter Berücksichtigung der Atomzahl je Mol n_m und der Elementarladung e ergibt sich die galvanisch abgeschiedene Stoffmasse m in Abhängigkeit von der Atommasse m_a , der Wertigkeit Z , der Stromstärke i und Expositionszeit t_{ex} .

$$m = m_a \cdot \frac{1}{Z} \cdot \frac{n_m}{e} \cdot i \cdot t_{ex} = m_a \cdot \frac{1}{Z} \cdot 96.499 \cdot i \cdot t_{ex} \quad (6.3)$$

Zur Vereinfachung werden die für jedes Metall spezifischen Größen Atommasse und Oxidationszahl sowie die Naturkonstanten Mol, Atommasse m_a und Elementarladung e zum elektrochemischen Äquivalent zusammengefasst [Gai88].

$$c_{el} = m_a \cdot \frac{1}{Z} \cdot \frac{n_m}{e} [\text{As}] = m_a \cdot \frac{1}{Z} \cdot \frac{96.490}{3.600} [\text{Ah}] \quad (6.4)$$

Wirkungsgrad

Bei der bisherigen Beschreibung des FARADAY'schen Gesetzes wird ein Wirkungsgrad von 100 % vorausgesetzt: Alle Elektronen reagieren mit Metallionen und tragen zur galvanischen Abscheidung bei. Dies ist in der Realität nicht der Fall, so dass die Gleichung 6.3 unter Berücksichtigung von Gleichung 6.4 um den Wirkungsgrad η erweitert werden muss.

$$m = c_{el} \cdot i \cdot t_{ex} \cdot \eta \quad (6.5)$$

Der Wirkungsgrad einer Nickelsulfamatgalvanik liegt zwischen 96 % und 99 % und nimmt bei steigender Stromdichte zu, bis die Grenzstromdichte erreicht wird.

Ursache sind die Abscheidung von Wasserstoff und andere Nebenreaktionen im Elektrolyten, die einen zusätzlichen Elektronenfluss von der Kathode zur Anode hervorrufen.

Der Wirkungsgrad lässt sich in einen kathodischen und einen anodischen Wirkungsgrad unterteilen. Bei Gleichheit der beiden Wirkungsgrade bleibt die Metallionenkonzentration im Elektrolyten konstant, ein Ungleichgewicht der Wirkungsgrade führt zu einer Verarmung oder Zunahme der Metallionenkonzentration [Jel97].

2. FARADAY'sches Gesetz

„Die aus verschiedenen Elektrolyten bei gleicher Elektrizitätsmenge abgeschiedenen Stoffmengen verhalten sich wie ihre Äquivalenzmassen.“

Die Anzahl der abgeschiedenen Metallatome multipliziert mit der Wertigkeit des Metalls ist unter Vernachlässigung des Wirkungsgrades vom Elektrolyten unabhängig und direkt proportional zur geflossenen Strommenge [Jel97].

6.1.3 Vorgänge beim Stofftransport im Elektrolyten

Der Transport der Metallionen von der Anode an die Kathode vollzieht sich hauptsächlich durch drei Bewegungsmechanismen: Migration, Konvektion und Diffusion [Kan00].

In der Grenzschicht zwischen Elektrolyt und Kathode bildet sich eine Diffusionszone aus. Diese wird durch die NERST'sche Diffusionsschicht δ_N , eine fiktive Größe, die als Grundlage für Berechnungen des Stofftransports dient, beschrieben. Sie ist als Gerade mit der Steigung der starren Schicht definiert, wie in Abbildung 6.3 dargestellt. Damit ist sie wesentlich kleiner als die reale Diffusionsschicht und größer als die elektrische Doppelschicht. Im Bereich der NERST'schen Diffusionsschicht wirkt nur Diffusion, wenn außerhalb eine vollkommene Durchmischung angenommen wird.

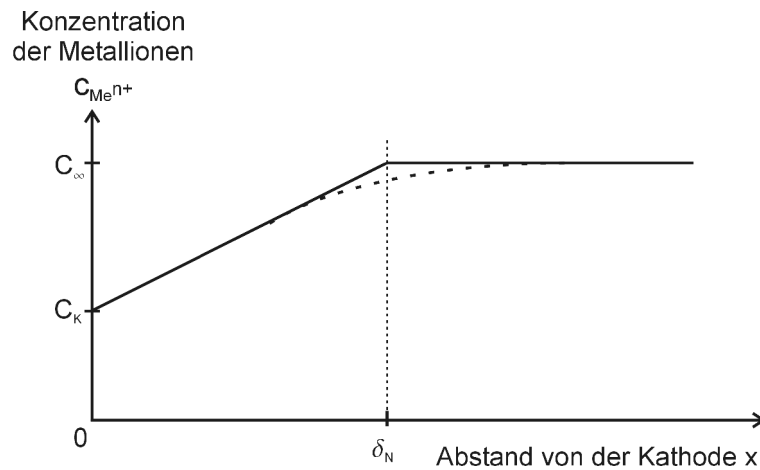


Abbildung 6.3: Metallionenkonzentration vor der Kathode

Der Diffusionsstrom n^* , der die Menge der diffundierenden Kationen beschreibt, ist über die Diffusionskonstante D proportional mit der Steigung des Konzentrationsgefälles verknüpft, die durch eine Gerade angenähert wird. Die Grenzstromdichte wird bei $c_k = 0$ erreicht.

$$n^* = D \frac{dc}{dx} = D \frac{(c_{\infty} - c_k)}{\delta_N} \quad (6.6)$$

Durch Einsetzen des 1. FARADAY'schen Gesetzes aus Gleichung 6.4 in Gleichung 6.6 ergibt sich die Grenzstromdichte zu

$$n^* = D \frac{dc}{dx} = D \frac{(c_{\infty} - c_k)}{\delta_N} \Rightarrow i_k = Z \cdot F \cdot D \frac{(c_{\infty} - c_k)}{\delta_N} \Rightarrow j_{gg} = -Z \cdot F \cdot D_A \frac{c_{\infty}}{\delta_N} \quad (6.7)$$

Bei einem Überschreiten der Grenzstromstärke lösen die Elektronen, die nicht Metallionen reduzieren können, unerwünschte chemische Nebenreaktionen aus, die zu einer Störung der galvanisch abgeschiedenen Metallschicht führen [Har88].

6.1.4 Schichtentstehung durch Elektrokristallation an der Kathode

Im Grenzsichtbereich von galvanischem Bad und Kathode finden die für die Schichtentstehung bei der galvanischen Abscheidung relevanten Vorgänge statt:

- Antransport der Metallionen und/oder der Metallkomplexe
- Abstreifen der Hydrathülle
- Ladungsaustausch, Entstehung von Ad-Atomen
- Bildung von Kristallkeimen aus Ad-Atomen
- Wachstum thermodynamisch stabiler Keime

Durch Einflussnahme auf diese Vorgänge lassen sich die Eigenschaften von galvanisch abgeschiedenen Metallschichten gezielt beeinflussen.

Die elektrische Doppelschicht, die sich im Grenzbereich zwischen Kathode und Elektrolyten aufbaut, hat für die Prozesse der Entstehung einer galvanischen Schicht eine zentrale Bedeutung. Abbildung 6.4 zeigt das STERN-GRAHAM-Modell. Es ist diesbezüglich die umfassendste Modellbildung, die sich aus dem HELMHOLTZ-PERRIN-Modell und dem GOUY-CHAPMAN-Modell entwickelt. Die Doppelschicht wird in drei Bereiche mit einem jeweils spezifischen Potentialverlauf aufgeteilt [Kan00], [Det63].

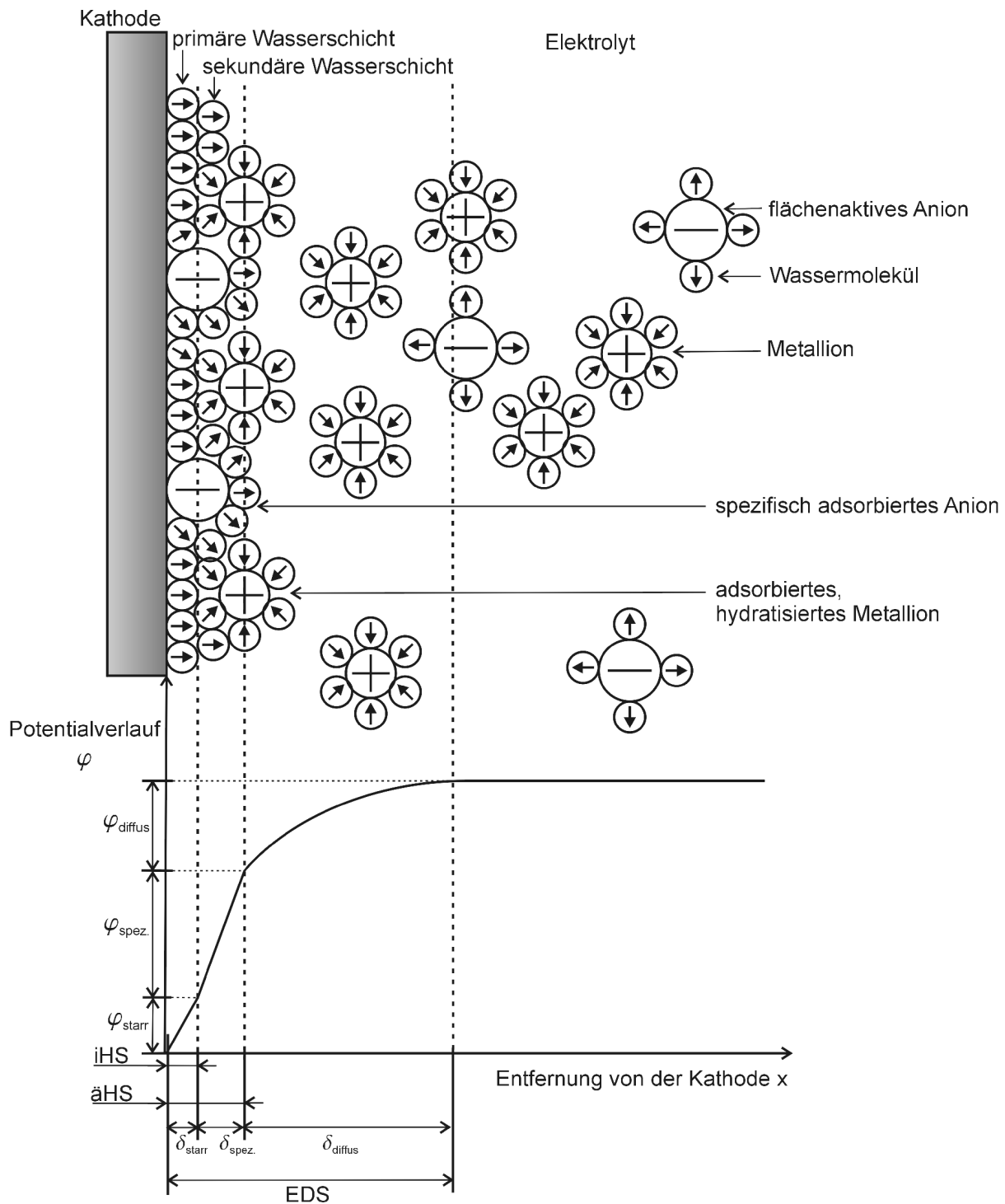


Abbildung 6.4: Aufbau der elektrischen Doppelschicht und Potentialverlauf

Diffuse Schicht d_{diffus}

Die am weitesten von der Kathode entfernte Schicht besitzt aufgrund der Elektrolytbewegung eine diffuse Verteilung von Metallionen, die ihr Maximum vor der Kathode aufweist und in Richtung Elektrolyt gemäß dem Diffusionsgesetze exponentiell gegen 0 geht. Das GOUY-CHAPMANN-Modell beschreibt den Potentialverlauf der diffusen Schicht mit einer Exponentialfunktion.

Spezifische Schicht d_{spez}

Auf der Kathodenoberfläche bildet sich eine Adsorptionsschicht aus gerichteten Wasserdipolen, die den Hydrathüllen von Ionen in wässriger Lösung ähnlich sind. Enthält der Elektrolyt darüber hinaus noch flächenaktive Anionen in Form organischer Verbindungen, so werden auch diese an der Kathode angelagert. Durch die große räumliche Ausdehnung der flächenaktiven Anionen können sich die von einer Hydrathülle umgebenen Metallionen nicht mehr auf der Kathodenfläche anlagern. Die Ausdehnung der Ladungsmittelpunkte der flächenaktiven Anionen wird als innere Helmholtzschicht (iHS) bezeichnet. Die Ebene, in der sich die Ladungsschwerpunkte der an der Kathode adsorbierten Metallionen befinden, wird als äußere Helmholtzschicht (äHS) bezeichnet. Die Differenz zwischen der äußeren und der inneren Helmholtzschicht entspricht der spezifischen Schicht.

Starre Schicht d_{starr}

Entsprechend dem HELMHOLTZ-PERRIN-Modell befinden sich an der Grenzschicht zwischen Kathode und Elektrolyt Schichten von Ladungsträgern, die die Spezifische Schicht d_{spez} bilden. Ihre räumliche Ausdehnung wird durch die innere Helmholtzschicht beschrieben. Die Potentialänderung kann jeweils als linear betrachtet werden.

6.1.5 Reaktionshemmungen im galvanischen Prozess

Auf seinem Weg von der Anode durch die Elektrolytlösung und bei der Anlagerung als Metallatom an der Kathode stellen sich dem Metallion mehrere lokalisierbare Reaktionshemmungen entgegen. Die Reaktionshemmungen werden in Form der elektrischen Spannung ausgedrückt, die notwendig ist, um die Reaktion entgegen dem Hemmnis durchführen zu können. Diese Spannung wird als Überspannung $U_{\text{Ü}}$ bezeichnet [Kan00].

Reaktionshemmungen im Elektrolyten

Die Reaktionshemmungen im Elektrolyten lassen sich auf zwei verschiedene Reaktionsmechanismen zurückführen und werden durch die Diffusions- und Reaktionsüberspannung beschrieben. Sie werden zur Konzentrationsüberspannung U_c zusammengefasst.

Die Diffusionsüberspannung entsteht aufgrund des Konzentrationsgefälles an Metallionen zwischen der Kathode, an der eine Verarmung auftritt, und dem Elektrolyten.

Die Reaktionsüberspannung entsteht aufgrund von Hydrations- und Dehydrationsvorgängen sowie Komplexbildung und -zerfall des Metallions im Elektrolyten und an der Kathodenoberfläche.

Reaktionshemmungen beim Ladungsaustausch an der Kathode

Entlang der elektrolytischen Doppelschicht findet der Ladungsaustausch statt, der das hydratisierte Metallion aus der Elektrolytlösung in ein Metallatom wandelt. Dieser Ladungsaustausch vollzieht sich in drei Schritten:

- Die Hydrathülle des Metallions verformt sich oder sprengt auf.
- Das Metallion kann die Helmholtzschicht durchqueren und sich ausreichend der Kathodenfläche annähern.
- Von der Kathodenfläche aus durchdringen Elektronen die Helmholtzschicht und führen den Entladungsprozess aus.

Die Hemmung dieser Vorgänge wird durch die Durchtrittsüberspannung U_D beschrieben.

Reaktionshemmungen bei der Kristallbildung

Die Kristallbildung an der Kathode erfolgt durch die Entstehung thermodynamisch stabiler Kristallkeime und deren Wachstum zu Kristallen.

Die Überspannung der Kristallkeimbildung ist größer als die des Kristallwachstums, da zur Keimbildung Aktivierungsenergien notwendig sind. Die Kristallisationsüberspannung U_K ist stark von der örtlichen Verteilung der Wachstumsstellen abhängig und variiert über der Kathodenfläche.

Stromproportionale Reaktionshemmungen

Der Widerstand der NERNST'schen Diffusionsschicht und ein schlecht leitender Film von Verunreinigungen auf der Kathode rufen die Widerstandsüberspannung U_W hervor. Sie ist gemäß dem OHM'schen Gesetz proportional zum fließenden Strom.

Das elektrische Ersatzschaltbild des galvanischen Prozesses

Die Reaktionshemmnisse sind im Ersatzschaltbild in Abbildung 6.5 zusammengefasst. Dabei werden für die statischen Reaktionshemmnisse Spannungsquellen und für die ohmschen Reaktionshemmnisse Widerstände verwendet. Dies stellt allerdings eine Vereinfachung dar, da nur eine Darstellung proportionalen Verhaltens möglich ist.

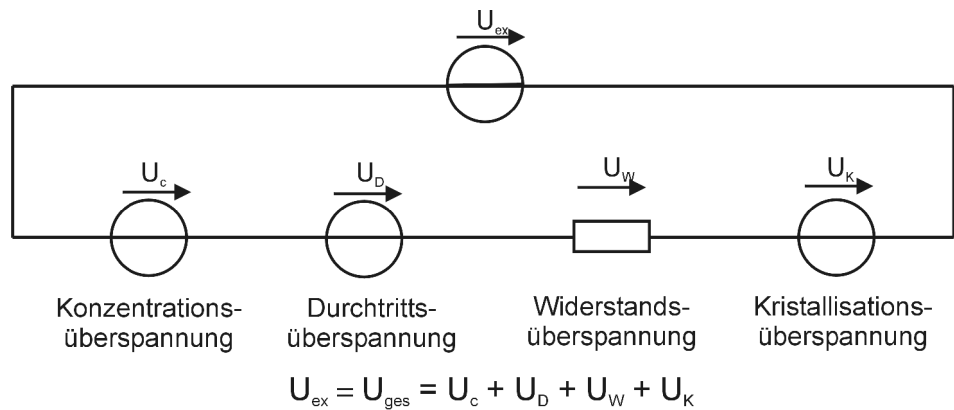


Abbildung 6.5: Elektrisches ESB des galvanischen Prozesses

Der Zusammenhang zwischen Stromdichte und anliegendem Potential wird durch Stromdichte-Potentialkurven beschrieben [Jel97]. Sie werden in Versuchsreihen ermittelt und beschreiben das Verhalten eines Elektrolyten phänomenologisch. Üblicherweise wird für galvanische Prozesse die kathodische Stromdichte-Potentialkurve angegeben. Die Spannungswerte werden auf der Ordinate und die Stromwerte auf der Abszisse aufgetragen.

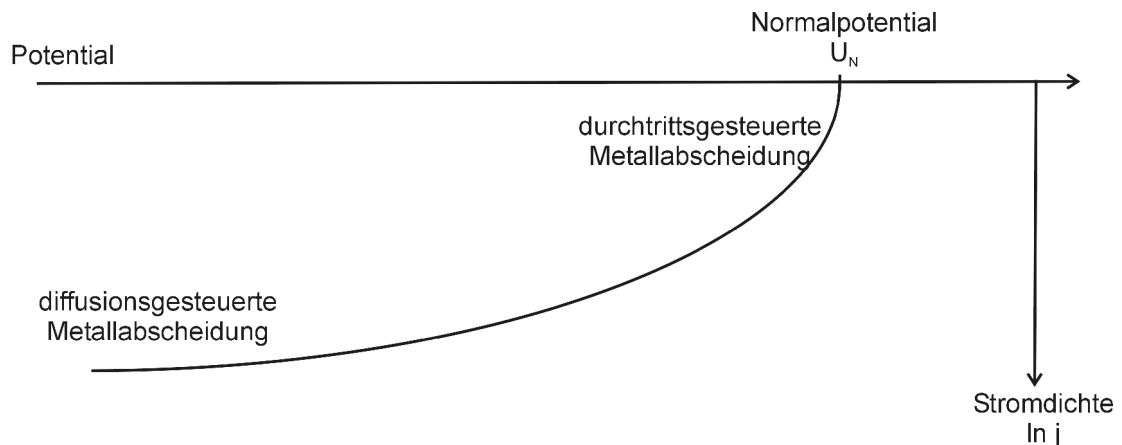


Abbildung 6.6: Stromdichte-Potentialkurve

Das Kathodenpotential bei einer Stromdichte 0 beschreibt die durch Spannungsquellen dargestellten Reaktionshemmnisse. Die Steigung der Stromdichte-Potentialkurve wird auf die ohmschen Reaktionshemmnisse zurückgeführt.

Durch Erhöhen des Kathodenpotentials nimmt die Stromdichte immer weiter zu. Allerdings wird bei Erreichen der Grenzstromdichte, sobald nicht ausreichend viele Ladungsträger mehr im galvanischen Bad zur Verfügung gestellt werden können, die Stromdichte trotz Erhöhung

des Potentials nicht mehr weiter zunehmen. Bei einer weiteren Erhöhung des Kathodenpotentials sind andere chemische Reaktionen, wie zum Beispiel die Wasserstoffentladung, im Elektrolyten möglich, die zwar zu einer höheren Stromdichte, aber nicht mehr zu einer Metallabscheidung führen.

Bei geringen Stromdichten wird die galvanische Metallabscheidung von dem Durchtritt der Elektronen zu den Metallionen bestimmt. Bei steigender Stromdichte bestimmt der begrenzende Einfluss des von Diffusionsprozessen abhängigen Antransports von Metallionen den Prozess.

Mitabscheidung von Wasserstoff

Alle Elektrolyte enthalten neben Metallionen auch Wasserstoffionen, die wie Metalle zu molekularen Wasserstoff umgewandelt werden können.

Obwohl die Stromdichtepotentialkurven von Metallen, z. B. Nickel, und Wasserstoff einen unterschiedlichen Verlauf aufweisen, kommt es wegen lokaler Spannungsspitzen zu diesem Effekt. Sobald in einem Salzelektrolyten die Anzahl der Metallionen im Kathodenfilm aufgrund einer großen Stromdichte und einer langsamen Nachführung von Metallionen gering ist, kommt es sowohl zu einer Umwandlung der Metallionen in Metall als auch zu einer Umwandlung von Wasserstoffionen in molekularen Wasserstoff [Jel97].

Die Wasserstoffmoleküle werden in der Metallschicht mit eingebaut und führen zu ihrer Versprödung oder bilden Wasserstoffblasen, die auf der Kathode haften, stellenweise die galvanische Abscheidung verhindern und eine Porenbildung hervorrufen. Insbesondere bei einer Annäherung der Stromdichten an die Grenzstromdichte ist die Gefahr der Mitabscheidung von Wasserstoff groß, da ein ausreichend hohes Potential an der Kathode lokal immer häufiger erreicht wird.

Neben der steigenden Wahrscheinlichkeit der Wasserstoffblasenbildung bei größeren Stromdichten, spielt auch die Oberflächenbeschaffenheit der Kathode eine wichtige Rolle. Auf rauen Oberflächen oder in mikrostrukturierten Oberflächen kommt es zu einer guten Haftung der Wasserstoffblasen, die ein Ablösen durch starke Badströmung oder gezielte Anströmung (jet plating) erschweren oder wirkungslos machen [Har88].

6.1.6 Elektrokristallisation an der Kathode

Die Anlagerung der Metallatome an die Kathode erfolgt bei der galvanischen Abscheidung in Form von Kristallen. Diese Kristalle entstehen aufgrund der Prozesse der Keimbildung und des Kristallwachstums. Diese Prozesse beeinflussen den Kristallaufbau und damit die Eigenschaften der galvanisch abgeschiedenen Metallschichten entscheidend [Kan00], [Fri02].

Keimbildung

Die Vorgänge der Keimbildung bei der elektrolytischen Abscheidung sind denen beim Erstarren einer Metallschmelze ähnlich. Aus einer thermodynamischen Betrachtung der freien Enthalpie lassen sich die Gesetzmäßigkeiten der Kristallbildung ableiten. Bei der Erstarrung einer bestimmten Zahl von Atomen in einer Schmelze verlieren sie ihre kinetische Energie, so dass sich ihre Gesamtenergie um ΔG_V verringert. Zur Bildung eines Keims muss allerdings eine bestimmte Oberflächenarbeit ΔG_O geleistet werden, die von der Art des Metalls abhängig ist. Die Änderung der freien Enthalpie ΔG ergibt sich unter der Annahme, dass der Kristallkeim eine kugelförmige Struktur aufweist, die energetisch das beste Verhältnis von Oberfläche zu Volumen aufweist. Die Änderung der freien Enthalpie wird durch Δg_V volumenbezogen und die Grenzflächenenergie γ flächenbezogen ausgedrückt

$$\Delta G = \Delta G_V + \Delta G_O = -\frac{4}{3}\pi r^3 \cdot \Delta g_V + 4\pi r^2 \gamma \quad . \quad (6.8)$$

Für das Keimwachstum entscheidend ist der Radius r des Keims. Sobald seine Zunahme eine Abnahme der freien Enthalpie bewirkt $d(\Delta G)/dr < 0$, wächst der Keim weiter. Vollzieht sich eine Zunahme der Enthalpie, löst sich der Keim wieder auf. Der kritische Keimradius beträgt $r^* = 2\gamma / \Delta g_V$. Die für die Keimbildung notwendige maximale Arbeit berechnet sich zu

$$\Delta G^* = \frac{d(\Delta G)}{dr} \Big|_{r^*} = \frac{16\pi \gamma^3}{3\Delta g_V^3} \quad \text{mit } r^* = \frac{2\gamma}{\Delta g_V} \quad . \quad (6.9)$$

Abbildung 6.7 stellt den Verlauf der freien Enthalpie ΔG in Abhängigkeit vom Keimradius r dar.

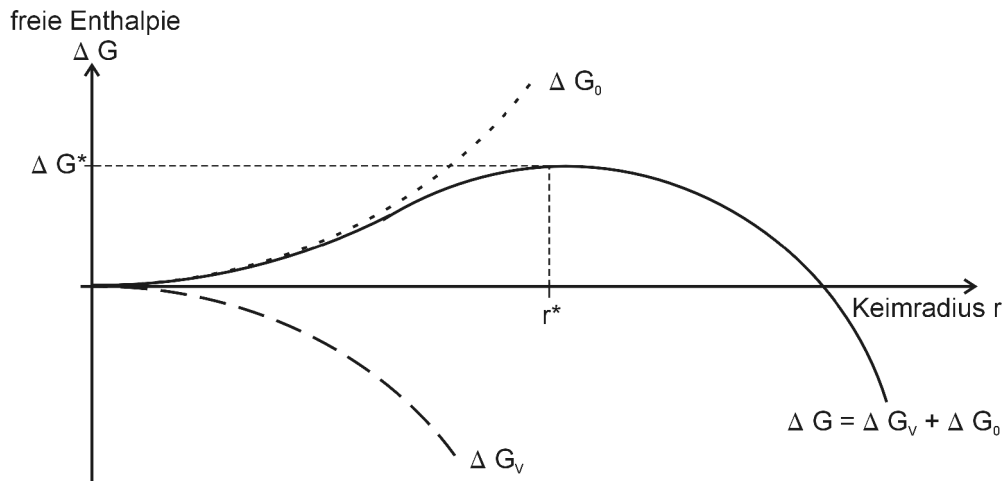


Abbildung 6.7: Verläufe der Energien bei der Keimbildung

Kugelförmige Keime, die in einer Flüssigkeit oder Schmelze schwimmen, sind homogene Keime. Bei der elektrolytischen Abscheidung vollzieht sich die Keimbildung allerdings an der Kathodenfläche, es entstehen heterogene Keime. Deshalb muss das Modell der homogenen Keime erweitert werden. Mit Einführung eines Benetzungswinkels Θ werden kalottenförmige Kristallkeime auf der Kathodenfläche beschrieben.

Entsprechend müssen die Gleichungen für die freie Enthalpie (6.9) und die Keimbildungsarbeit (6.8) erweitert werden.

$$\Delta G = \Delta G_v + \Delta G_0 = -\frac{1}{3}\pi r^3 \cdot (2 - 3\cos\Theta + \cos^3\Theta) \cdot \Delta g_v + 2\pi r^2 \cdot (1 - \cos\Theta) \cdot \gamma \quad (6.10)$$

$$\Delta G^* = \frac{d(\Delta G)}{dr} \Big|_{r^*} = \frac{16\pi \gamma^3}{3\Delta g_v^3} \left[\frac{2 - 3\cos\Theta + \cos^3\Theta}{4} \right] \quad (6.11)$$

Bei zunehmendem Benetzungswinkel zwischen 0° und 180° steigt die benötigte Keimbildungsarbeit, sie ist allerdings kleiner als für homogene Keime. Je weiter sich die Keimbildungsarbeit für heterogene Keime an die für homogene Keime annähert, desto wahrscheinlicher wird die Bildung homogener Keime, die sich nicht mehr an die Kathode anlagern und dort eine Schicht bilden [Kan00], [Det63].

Arten von Keimen und Keimwachstum

Zu der Entstehung von Keimen müssen die Metallionen durch die Doppelschicht hindurchtreten und mit dem Kristallgitter der Kathode in Berührung kommen. Dabei ist es nicht notwendig, dass die Hydrathülle vollständig abgestreift wird. Ecken und Stufen stellen günstige

Wachstumsstellen dar, die eine Anlagerung noch mit teilweise vorhandener Hydrathülle ermöglichen. Abhängig von der Kristallisationsüberspannung bilden sich verschiedene Typen von Keimen und Kristallschichten aus [Fri02], [Kan00]. Eine genauere Beschreibung der Kristalltypen befindet sich in Anhang B.

6.1.7 Der Einfluss von Pulse-Plating

Unter Pulse-Plating versteht man das galvanische Abscheiden mit zeitlich variablen Strömen und Spannungen. Dadurch ist ein direkter Eingriff in die Kristallisationsvorgänge an der Grenzfläche zwischen Bad und Kathode möglich, der zu einer Veränderung der galvanisch abgeschiedenen Schicht führt. Ziel des Pulse-Platings ist es, die Eigenschaften der galvanischen Schicht in Sinne einer Optimierung zu beeinflussen:

- Verringerung der Korngröße,
- Reduktion der Menge eingeschlossener Verunreinigungen und Poren,
- Erhöhung der Nachgiebigkeit und der Duktilität,
- Verbesserung der Einebnung und Streufähigkeit.

Die Frequenz der Strompulse liegt in einem Bereich zwischen 1 und 10 Hz, das Strom- Pausenverhältnis im Bereich von 10 %. Zudem ist es auch möglich, die Polarität umzukehren.

Einfluss des Pulse-Platings auf den Stofftransport

Die NERNST'sche Diffusionsschicht d_N vor der Kathode muss beim Pulse-Plating in einen stationären, von der Kathode entfernten und einen pulsierenden Teil in Kathodennähe unterteilt werden. Dies ist in Abbildung 6.8 dargestellt.

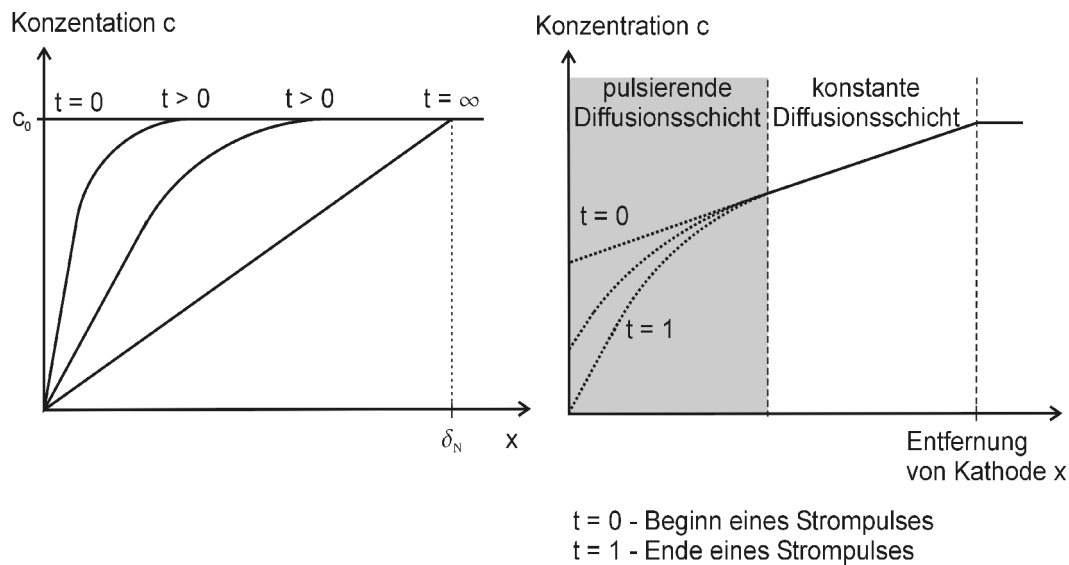


Abbildung 6.8: Verlauf der Konzentration der Metallionen beim Stromsprung (links) und beim Pulse-Plating (rechts)

Das Verhältnis der Grenzstromdichte bei der galvanischen Abscheidung mit Pulse-Plating im Verhältnis zur Gleichstrom-Grenzstromdichte ist von vier Einflussgrößen,

- dem Puls-Pausenverhältnis,
- der Pulsfrequenz,
- der Diffusionskonstante des Elektrolyten,
- der Ausdehnung der Diffusionszone

abhängig. Neben der Stromform haben der Elektrolyt und die lokalen Strömungsbedingungen an der Kathode Einfluss auf den Grenzstrom beim Pulse-Plating.

Einfluss des Pulse-Platings auf die Kristallisation

Die Art der Keimbildung ist von der vorhandenen Kristallisationsenergie abhängig. Durch Pulse-Plating kann diese nachhaltig beeinflusst werden, so dass sich die Keimstruktur der galvanischen Schicht variieren lässt. Das Konzentrationsverhältnis von Ad-Atomen an den Wachstumsstellen zum Zeitpunkt $t = 0$ c_{ad}^0 und im zeitlichen Verlauf c_{ad} bestimmt die Höhe der Kristallisationsüberspannung

$$u_K \approx \ln \frac{c_{ad}^0}{c_{ad}} \quad (6.12)$$

Bei ansteigender Kristallisationsüberspannung nimmt jedoch die Energie und damit die Wahrscheinlichkeit der Keimbildung zu. Die beim Pulse-Plating variablen Größen Pulsstromdichte, Puls-pausenzeit und Pulszeit haben folgende Einflüsse auf die Kristallstruktur der Metallschicht [Pui90], [Kle80]:

Pulsstromdichte

Eine Erhöhung der Pulsstromdichte bei konstantem mittlerem Pulsstrom und konstanten Pulspausen führt zu einer Verfeinerung der Kristallstruktur.

Pulspausenzeit

Bei den meisten Metallen tritt bei Verlängerung der Pulspausenzeit eine Vergröberung der Kornstruktur auf, da neu gebildete Keime mehr Zeit haben, sich zu energetisch günstigeren größeren Kristallen zusammenzuschließen.

Pulszeit

Die Erhöhung der Pulszeit führt zum Wachstum größerer Kristalle, da in der längeren Zeit mehr Metallionen entladen werden, die zu größeren energetisch günstigeren Körnern kombinieren.

Pulsumkehr

Die Pulsumkehr bewirkt eine Oxidation des adsorbierten Wasserstoffs. Damit wird die Anzahl eingeschlossener Wasserstoffmoleküle reduziert. Die Bildung von Hydroxiden als Nebenreaktion wird unterbunden. Bei zu langer Pulsumkehr oder zu großer Pulsstromdichte erfolgt nicht nur die Oxidation des Wasserstoffs, sondern auch eine Oxidation der Metalloberfläche.

6.1.8 Vorgänge bei der Legierungsabscheidung

Sobald ein Elektrolyt Salze von zwei oder mehr Metallen enthält, kommt es zur galvanischen Abscheidung dieser Metalle. Das Legierungsverhältnis wird durch die Stromdichte-Potentialkurve sowie die Wertigkeit und das spezifische Gewicht der Metallionen bestimmt. Dies hat allerdings nur dann seine Gültigkeit, wenn es nicht zu einer gegenseitigen Beeinflussung der Metallionen kommt.

Aufgrund der Gesamtstromdichte stellt sich ein Potential ein. Wie bei einer Reihenschaltung teilt sich die Gesamtstromdichte auf die einzelnen Legierungskomponenten auf. Abbildung 6.9 zeigt die Aufteilung des Elektronenflusses aufgrund der Stromdichte-Potentialkurven der einzelnen Metalle [Gai88], [Kan00], [Lan84].

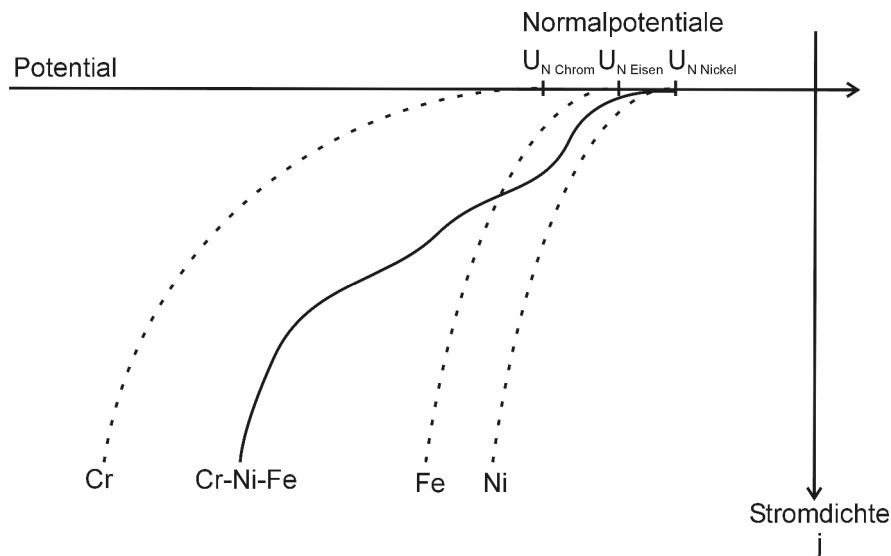


Abbildung 6.9: Stromdichte-Potentialkurven von Cr, Ni, Fe im Sulfatbad

Es gibt neben der Wahl des Arbeitspunktes noch verschiedene Möglichkeiten, die Stromdichte-kennlinien zu beeinflussen, um die Zusammensetzung der Legierung zu verändern. Dies erfolgt zum einen durch die physikalischen Parameter Temperatur, Konvektion, insbesondere erzwungene Konvektion, pH-Wert und Pulse-Plating, zum anderen durch chemische Einflussnahme mit Hilfe von Komplexbildnern, z.B. Harnsäure, die eine bestimmte Sorte von Metallionen binden und so die Konzentration der freien Metallionen reduzieren [Lan84].

Der Anteil der Metalle in einer Legierungsschicht wird als Gewichtsanteil angegeben. Deshalb ist für galvanisch abgeschiedene Legierungen neben den Stromdichte-Potentialkurven auch Wertigkeit des Metalls, die die Anzahl der benötigten Elektronen zur Umsetzung eines Metallions in ein Atom beschreibt, und das spezifische Gewicht des Metalls bestimmend.

Aufgrund der Prozesse, die die Legierungszusammensetzung bei der galvanischen Abscheidung bestimmen, werden fünf maßgebliche Formen der galvanischen Legierungsabscheidungen unterschieden [Kan00], [Lan84]:

Abscheidung unter Diffusionskontrolle, reguläre Abscheidung

Die Legierungszusammensetzung der Schicht wird durch die Konzentrationsverhältnisse der Metallionen in der kathodischen Diffusionsschicht bestimmt. Der Anteil des edleren Metalls steigt

- mit höherer Ionenkonzentration dieses Metalls im Elektrolyten,
- mit Verringerung der Stromdichte wegen der höheren elektrochemischen Spannungen,
- mit Erhöhung der Temperatur,
- mit zunehmender Elektrolytbewegung.

Irreguläre Abscheidung

Das Legierungsverhältnis wird durch die Potentialverhältnisse der Metalle bestimmt und nicht wie bei der regulären Abscheidung durch die Diffusionsprozesse. Durch die Zugabe von Komplexbildnern können diese Ruhepotentiale gezielt beeinflusst werden.

Gleichgewichtsabscheidung

Die Anteile der unterschiedlichen Metallionen im Elektrolyten befinden sich im gleichen Konzentrationsverhältnis wie in der abgeschiedenen Schicht. Diese Form der Legierungsabscheidung ist nur bei extrem niedrigen Stromdichten möglich, so dass ihre technische Nutzbarkeit eingeschränkt ist.

Anormale Abscheidung

Das unedle Metall wird bevorzugt abgeschieden, weil eine Hemmung des edleren Metalls vorliegt. Solch eine Hemmung tritt insbesondere bei Metallen der Eisengruppe auf oder lässt sich in Form von Komplexbildungen gezielt herbeiführen.

Induzierte Abscheidung

Die Legierungszusammensetzung ist von Wechselwirkungen der Metallionen untereinander abhängig. Besonders Metalle der Eisengruppe weisen diese Indikatoreigenschaft auf. Damit ist es möglich hochschmelzende Metalle wie Wolfram, die sich alleine nicht galvanisch abscheiden lassen, abzuscheiden.

Obwohl die Zusammensetzung einer galvanisch abgeschiedenen Legierungsschicht vielfältig beeinflusst werden kann, ist es nicht immer möglich technisch verwertbare Ergebnisse zu erzielen [Lan84].

6.2 Die galvanische Abscheidung von Nickel aus Sulfamatelektrolyten

Die ersten galvanischen Nickelüberzüge wurden 1842 von BÖTTGER in Frankfurt am Main hergestellt. Den Durchbruch beim Einsatz von galvanisch abgeschiedenem Nickel ermöglichten die 1916 von O.P. WATTS entwickelten Hochleistungselektrolyte auf Nickelsulfatbasis. Wegen seiner physikalischen Eigenschaften und der einfach handhabbaren Elektrolyte ist Nickel das für galvanische Prozesse am weitesten verbreitete Metall [Jel97], [Ham64].

Nickelsulfamatelektrolyte wurden Ende der 30-er Jahre durch CAMP und PIONTELLI am Lombardi-Institut entwickelt sowie die Badführung und die Einsatzgebiete erforscht [Cam39]. 1954 wurde durch DIGGIN die erste umfassende Untersuchung von Nickelsulfamatelektrolyten veröffentlicht, die die mechanischen Eigenschaften des Nickelniederschlags in Abhängigkeit der Badzusammensetzung und der Badführung beschreibt [Ham64].

Bei der Galvanoformung und LIGA-Technik spielen Nickelsulfamate eine besondere Rolle. Durch die gute Lösbarkeit der Metallsalze lassen sich hoch konzentrierte Bäder herstellen, die eine galvanische Abscheidung dicker Schichten mit hoher Stromdichte und geringen inneren Spannungen ermöglichen. Empfindlich reagieren Nickelsulfamatbäder auf Verunreinigungen, die entweder in den Ausgangssubstanzen enthalten sind oder durch die zu beschichtenden Werkstücke eingetragen werden. Nickelsulfamat besteht aus Nickel und Amidoschwefelsäure. Dabei löst eine wässrige Lösung der Amidoschwefelsäure zweiwertiges Nickel in Form von Nickelhydroxid, -carbonat und -oxid auf. Typische Zusammensetzungen des Bades, Arbeitsparameter bei der galvanischen Abscheidung und Schichteigenschaften sind Tabelle 6.1 zu entnehmen [Jel97],[Win71]:

Tabelle 6.1: Kenngrößen von Nickelsulfamatelektrolyten

Badbestandteile	Abscheidungsbedingungen	Eigenschaften der Niederschläge
Nickelsulfamat 200 bis 600 g/l	Temperatur 25 bis 60 °C	Zugspannungen 10 bis 60 N/mm ²
Nickelchlorid 0 bis 30 g/l	pH-Wert um 3,5 bis 4,5	Bruchdehnung 3 bis 30 %
Borsäure 30 bis 45 g/l	Stromdichte 10 bis 320 mA/cm ²	Vickers-Härte ca. 260 N/mm ²

Nickel als Anodenmaterial

Bei der Galvanoformung werden große Mengen an Nickel abgeschieden, so dass es bei einer unlöslichen bzw. schwerlöslichen Anode zu einer Verarmung an Metallionen des galvanischen Bades kommt. Deshalb spielt neben dem Reinheitsgrad des Anodenmaterials auch die Löslichkeit eine entscheidende Rolle. Bei unzureichender Anodenlöslichkeit kommt es aufgrund der erhöhten Potentialdifferenz zwischen Bad und Anode zu Nebenreaktionen wie der Bildung von Azodisulfonat, die sich in einem stromabhängigen Abfall des pH-Wertes im galvanischen Bad äußern.

Nickel wird als Anodenmaterial in Form von Walzanoden und Knüppelanoden oder als Schüttgut in Form von Rounds, Pellets oder Squares angeboten. Das Schüttgut wird für den galvanischen Prozess in einen Titankorb gegeben. Vorteil des Anodenkorbes ist die vergrößerte Anodenoberfläche, die Möglichkeit Schüttgut nachzufüllen und die konstante Anodenform, die zu keiner Veränderung des elektrischen Feldes zwischen Kathode und Anode führt [Jel97], [Inc06].

Durch die Zulegierung von Schwefel wird die Löslichkeit des Anodenmaterials entscheidend verbessert.

Anoden aller Bauformen müssen mit Anodensäcken aus Kunststoffgewebe überzogen werden, um anfallenden Anodenschlamm zurückzuhalten. Dieser bildet sich aus Nebenprodukten bei

der chemischen Reaktion an der Anode und durch Verunreinigung des Anodenmaterials. Die Einlagerung von Partikeln führt zur Verunreinigung des Nickelniederschlags auf der Kathode.

Prozessführung von Nickelsulfamatelektrolyten

Während des Betriebs von Nickelsulfamatbädern müssen folgende Arbeitsbedingungen eingehalten werden [Jel97],[Ham64], [Bar94]:

- Temperatur: 30 °C bis 60 °C
- pH-Werte: 3,0 bis 5,0

Der Anstieg des pH-Wertes durch Anodenkorrosion und kathodische Protonenentladung wird durch permanente Nachdosierung von Amidoschwefelsäure verhindert.

Bei niedrigen pH-Werten unter 3 und hohen Temperaturen über 70 °C wird die Zersetzung des Nickelsulfamats stark beschleunigt, so dass sich Ammonium bildet, das die Niederschläge negativ beeinflusst.

Während des laufenden Betriebes verändert sich die Zusammensetzung des Nickelsulfamatelektrolyten. Es kommt wegen des Unterschieds zwischen dem anodischen und kathodischen Wirkungsgrad zu Veränderungen der Nickelkonzentration. Als Zersetzungsprodukt des Nickelsulfamats entsteht Ammonium. Die Konzentration von Borsäure, Sulfamat und Chlorid bleibt weitgehend konstant. Zur schnellen und ausreichend genauen Bestimmung der Badzusammensetzung wird eine Titration mit Farbumschlag durchgeführt. Dabei reagiert eine definierte Menge eines Stoffes mit der Probe. Aufgrund der Gesetzmäßigkeiten der Reaktion kann aus der Menge der zugegebenen Chemikalien auf die Konzentration in der Probe geschlossen werden. Für eine gesicherte Aussage sollten mindestens drei Proben parallel titriert werden.

6.3 Planung der Untersuchungen zu galvanisch abgeschiedenen Nickelschichten

Für eine aussagekräftige Untersuchung ist es notwendig, neben der Definition der Versuchsziele geeignete Anlagen und Untersuchungsmethoden auszuwählen. Bei der Versuchsplanung sind geeignete Methoden zu finden, um mit einer möglichst geringen Anzahl an durchgeführten Versuchen ein aussagekräftiges Ergebnis zu erhalten. Die Versuchsergebnisse werden mit vergleichbaren Untersuchungen aus der Fachliteratur verglichen und diskutiert.

6.3.1 Versuchsziele und Vorgehensweise

Zur Herstellung galvanogeformter Trennmembranen ist es notwendig, die mechanischen Eigenschaften der Nickelschicht exakt zu kennen, um sie in der Auslegung berücksichtigen zu können und sie im Fertigungsprozess zu messen und reproduzierbar einzustellen.

Ziel der Versuchsreihen ist es deshalb, die mechanischen Eigenschaften der Nickelschicht in Abhängigkeit von der Badzusammensetzung und der Abscheidebedingungen zu charakterisieren. Die mechanischen Eigenschaften sind die Eigenspannungen, der Elastizitätsmodul und die Querkontraktionszahl, auf deren Untersuchung aufgrund ihres geringen Einflusses und der aufwändigen Messverfahren verzichtet wird.

Zur Untersuchung der Eigenschaften der galvanisch abgeschiedenen Nickelschicht werden geeignete Messverfahren ausgewählt und erprobt. Ziel bei der Auswahl der Messverfahren ist es, unter möglichst gleichen Bedingungen zu messen, unter denen auch die Abscheidung auf das Werkstück erfolgt.

Die Darstellungsform dieser Zusammenhänge soll einen Vergleich mit Untersuchungsergebnissen aus der Fachliteratur ermöglichen.

Für die Optimierung der galvanisch abgeschiedenen Schicht muss der Zusammenhang zwischen den Parametern der Badrezeptur sowie den Abscheidungsbedingungen und den Schichteigenschaften eindeutig hervorgehen.

Die technologischen Grenzen für möglichst dünne hermetisch dichte Schichten sind zu ermitteln.

Es werden nur zusatzfreie Nickelsulfamatbäder untersucht, da diese die geringsten inneren Spannungen aufweisen [Bru84], [Win71]. Die aus zusatzfreien Bädern abgeschiedenen Nickelschichten haben die wenigsten im Metallgitter eingeschlossenen Verunreinigungen, da alle Badzusätze direkt an der Grenzschicht wirken [Kan00], [Bru84].

Zur Untersuchung der galvanischen Abscheidungen aus Nickelsulfamatbädern werden die in Tabelle 6.2 gezeigten vier ineinander übergreifenden Versuchsreihen angesetzt.

In der ersten Versuchsreihe werden in einer Becherglasgalvanik die inneren Spannungen galvanischer Schichten in Abhängigkeit der Badzusammensetzung und der Abscheidungsbedingungen untersucht.

In einer zweiten Versuchsreihe werden die Versuche aus der ersten Versuchsreihe in der Galvanikanlage für mikrotechnische Anwendungen wiederholt, wobei die Badzusammensetzung nicht variiert wird. Dabei wird der Einfluss der laminaren Badströmung und der Kathodenrotation untersucht und der Elastizitätsmodul der Nickelschichten bestimmt.

In der dritten Versuchsreihe wird die Schichtbeschaffenheit, insbesondere die Hermetizität in Abhängigkeit von Stromdichte, laminarer Badströmung und Kathodenrotation in der Galvanikanlage für mikrotechnische Anwendungen untersucht.

In einer vierten Versuchsreihe wird unter Bedingungen, die aufgrund der ersten drei Versuchsreihen besonders aussichtsreich erscheinen, der Einfluss von Puls-Plating auf die inneren Spannungen, der Elastizitätsmodul und die Hermetizität galvanischer Schichten beschrieben.

Tabelle 6.2: Übersicht über die in den Versuchsreihen untersuchten Parameter

Untersuchung	Versuchsreihe			
	1	2	3	4
Nickelsulfamatkonzentration	X			
Nickelchloridkonzentration	X			
pH-Wert	X		X	
Badtemperatur	X	X		
Stromdichte	X	X	X	
Anströmung		X	X	
Kathodenrotation		X	X	
Pulse-Plating				X
Versuchsreihe 1	Ziel: innere Spannungen in Abhängigkeit der Bad- und Abscheidungsparameter Anlage: Bercheglasgalvanik			
Versuchsreihe 2	Ziel: innere Spannungen in Abhängigkeit der Abscheidungsparameter Anlage: Galvanikanlage für Mikrosystemtechnik			
Versuchsreihe 3	Ziel: dünne hermetisch dichte Schichten Anlage: Galvanikanlage für Mikrosystemtechnik			
Versuchsreihe 4	Ziel: Auswirkung des Pulse-Platings Anlage: Galvanikanlage für Mikrosystemtechnik			

6.3.2 Planung der Versuchsreihen

Die Versuchsplanung beschreibt das Vorgehen bei der jeweiligen Durchführung der vier Versuchsreihen. Die Versuchsplanung soll folgende Kriterien erfüllen:

- Beschreibung der Ausgangsgröße der mechanischen Eigenspannungen in Abhängigkeit von bis zu fünf Eingangsgrößen der Badparameter und Abscheidungsbedingungen.
- Reduzierung der Anzahl der durchzuführenden galvanischen Abscheidungen bei ausreichender Aussagekraft des Ergebnisses. Dabei soll nur die Wirkung der Versuchsparameter untersucht werden, nicht der Einfluss von Störgrößen.
- Beschreibung des Ergebnisses in einer Darstellungsform, z.B. einem mathematischen Modell, die eine Umrechnung der Versuchsergebnisse auf Zwischenwerte für den Vergleich mit Literaturangaben und eine Optimierung ermöglicht.

Um Versuchspläne und ihre Auswertung nach diesen Kriterien zu erstellen, gibt es Verfahren der statistischen Versuchsplanung. Mathematisch am weitesten entwickelt und am häufigsten in der Praxis angewandt sind D-optimale Versuchspläne [Seb89]. Abbildung 6.10 zeigt das Vorgehen bei der Modellbildung: Ein Satz von zu untersuchenden Eingangs- und Ausgangsparametern wird ausgewählt und eine Ansatzfunktion mit zu bestimmenden Koeffizienten zur Be-

schreibung der Wirkungsweise zwischen ihnen angenommen. Eine bestimmte Anzahl an chemischen oder physikalischen Versuchen wird durchgeführt, so dass eine Reihe von Stützstellen, bestehend aus Eingangsparametern und Ergebnis, geschaffen werden. Anschließend werden durch Minimierung der Summe der quadratischen Fehlers die Koeffizienten so bestimmt, dass das Modell das Verhalten der Stützstellen möglichst gut abbildet [Kle06].

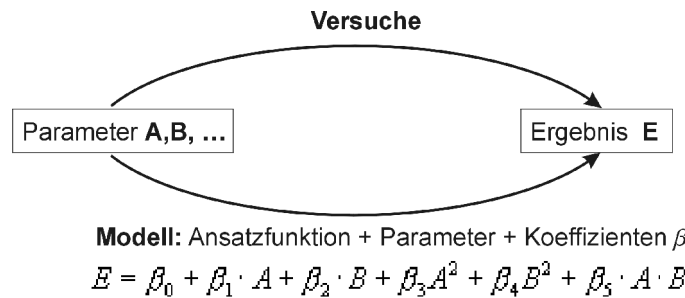


Abbildung 6.10: Modellbildung

Um die Anzahl der durchzuführenden Versuche zu minimieren und gleichzeitig ein aussagekräftiges Modell zu erhalten, werden Optimalitätskriterien eingesetzt, die aufgrund der Anzahl der Parameter und der mathematischen Struktur der Ansatzfunktion einen Versuchsplan festlegen. Die Struktur des Modells bestimmt die Stufen im Wertebereich der Eingangsparameter. So sind beispielsweise zur Darstellung linearer Zusammenhänge zwei, für quadratische 3 und für Kubische 5 Stufen notwendig.

D-optimale Versuchspläne ermöglichen es, alle mathematischen Modelle zu implementieren. Für die Beschreibung eines Systems um einen Arbeitspunkt in einem eingeschränkten Geltungsbereich herum sind lineare Modelle am weitesten verbreitet. Diese können noch durch Wechselwirkungen erster Ordnung und quadratische Anteile zur Darstellung von Maxima oder Minima erweitert werden.

Aus Versuchen mit den im Versuchsplan festgelegten Eingangsparametern werden die zugehörigen Ausgangsparameter bestimmt. Auf Basis dieser Datensätze werden nach dem Verfahren der kleinsten Fehlerquadrate die Koeffizienten b für das Modell bestimmt.

Zur Auswertung der in dieser Arbeit vorgenommenen Untersuchungen werden Versuchspläne nach dem D-Optimalitätskriterium aufgestellt. Sie weisen folgende Eigenschaften auf:

- Eignung für chemische Reaktionen und physikalische Zusammenhänge. Begrenzend wirkt allerdings die Form des gewählten Modells.
- Berücksichtigung linearer und quadratischer Einflüsse sowie einfacher Wechselwirkungen.

- Starke Reduktion der Anzahl der notwendigen Versuche. Bei 3 Stufen und fünf Einflussfaktoren reduziert sie sich von 243 auf 32 bei einem Modell mit quadratischen und linearen Einflüssen sowie einfachen Wechselwirkungen.
- Vereinfachte Anwendung durch den Einsatz von Software. In ihr sind die Gütekriterien zur Erstellung der Versuchspläne mit quadratischen Modellen und die Approximationsalgorithmen zur Berechnung der Koeffizienten implementiert [Hof94].

6.3.3 Anlagen zur galvanischen Abscheidung

Es stehen zwei Anlagen zur galvanischen Abscheidung zur Verfügung: eine Becherglasgalvanik und eine Galvanikanlage für Mikrosystemtechnische Anwendungen mit Rotationskathode.

Die Becherglasgalvanik

Abbildung 6.11 zeigt ein Schnittbild der Becherglasgalvanik.

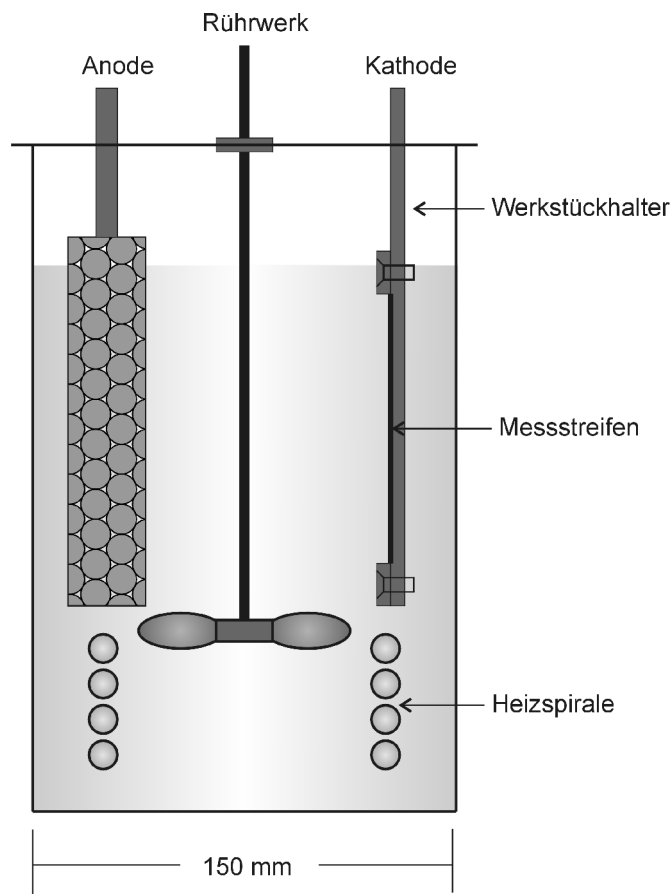


Abbildung 6.11: Schnittbild der Becherglasgalvanik

Das Becherglas hat ein Fassungsvermögen von 1,6 l. In ihm befinden sich die Anode, die aus einem mit schwefeldepolarisierten Nickelpellets gefülltem Titankorb in einem Anodensack be-

steht, die Kathode als Werkstückträger für drei Messstreifen, eine Heizspirale mit Thermostat zur Badtemperierung und ein Rührer, der eine zirkulare Strömung erzeugt.

Die Galvanikanlage für mikrosystemtechnische Anwendungen

Abbildung 6.12 zeigt ein Schnittbild durch die Prozesszelle der Galvanikanlage für mikrosystemtechnische Anwendungen.

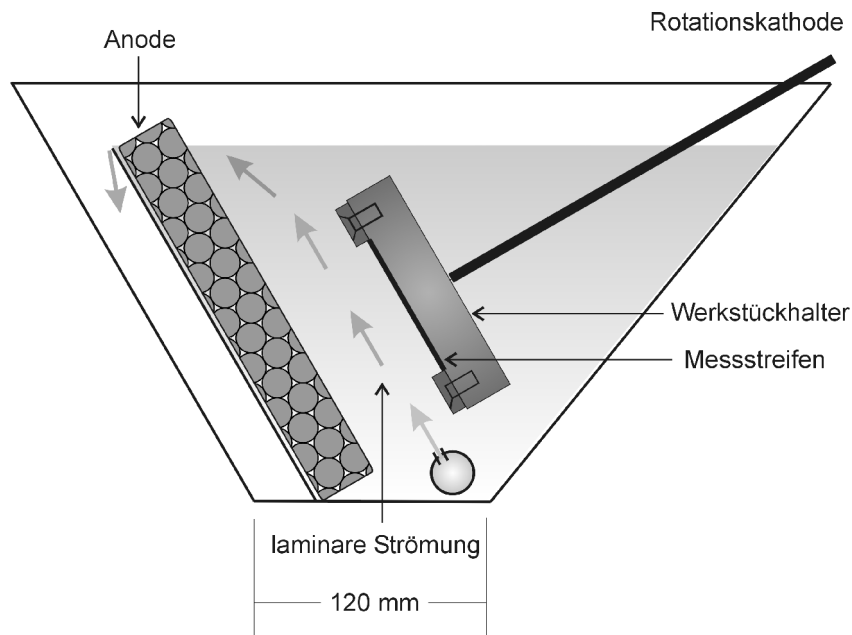


Abbildung 6.12: Schnittbild durch die Galvanikanlage für mikrosystemtechnische Anwendungen

Diese Galvanikanlage besteht aus einem Prozessbecken und einem Vorlagebehälter. Im Vorlagebehälter erfolgt die Temperierung und Regelung des pH-Wertes des galvanischen Bades. Durch die Prozesszelle strömt das gefilterte Bad in einer laminaren Strömung zwischen Anode und Kathode mit einem einstellbaren Durchfluss. Die Kathode ist als Rotationskathode ausgeführt, die einen Durchmesser von 4" aufweist. Auf ihr können bis zu vier Messstreifen angeordnet werden. Die Anode besteht aus einem Anodenkorb, der mit schwefeldepolarisierten Nickel pellets gefüllt ist.

6.4 Untersuchung der inneren Spannungen galvanisch abgeschiedener Nickelschichten

Als wichtigste Eigenschaft werden die inneren Spannungen untersucht. Ihre Ursachen und Arten werden beschrieben. Es erfolgt die Auswahl eines geeigneten Messverfahrens und die Diskussion des zu erwartenden Messfehlers. Abschließend werden die Messergebnisse vorgestellt und mit Literaturwerten verglichen.

6.4.1 Arten und Ursachen innerer Spannungen

Innere Spannungen wirken sowohl als Zugspannungen, die eine Verkürzung der Nickelschicht hervorrufen, als auch als Druckspannungen, die eine Verlängerung bewirken.

Der Einfluss der unterschiedlichen Gitterkonstanten im Atombau von Substrat und galvanisch abgeschiedener Schicht ruft artfremde innere Spannungen hervor. Bei zunehmender Schichtstärke werden diese von arteigenen inneren Spannungen in der galvanischen Schicht überlagert [Kle80]. Die arteigenen Eigenspannungen werden in drei Arten aufgeteilt [Jel97II], [Bru84]:

- Innere Spannungen erster Art wirken innerhalb eines größeren Volumens, das sich über die Korngrenzen hinweg in einem Körper erstreckt. Sie führen zu einer makroskopischen Verformung des Körpers.
- Spannungen zweiter Art wirken in den Gitterstrukturen einzelner Körner. Aufgrund der großen Anzahl an Körnern mit unterschiedlicher Ausrichtung kommt es zu einer gegenseitigen Aufhebung, so dass die Auswirkung dieser Spannungen makroskopisch nicht messbar sind.
- Spannungen dritter Art sind in Unregelmäßigkeiten des Metallgitters begründet und statistisch verteilt. Makroskopisch sind sie nicht messbar.

Bei den galvanogeformten Trennmembranen dominieren aufgrund der Abmessungen - Durchmesser 9 mm, Schichtdicke 25 μm - die inneren Spannungen erster Art.

Über die Ursachen innerer Spannungen gibt es verschiedene Theorien, die für bestimmte Versuchsbedingungen plausibel erscheinen und durch Messergebnisse belegt werden können. Allerdings besitzen sie keine Allgemeingültigkeit, so dass bei bestimmten Konstellationen das Auftreten innerer Spannungen, insbesondere von Druckspannungen, nicht begründet werden kann [Bru84].

Die bekannteste Theorie beschreibt einen Zusammenhang zwischen der Mitabscheidung von Wasserstoff und den inneren Spannungen. Der mitabgeschiedene Wasserstoff bewirkt eine Erweiterung des Metallgitters, die Zugspannungen hervorruft [Bru84], [Jel97], [Ham64]. Diese Erklärung ist für Zugspannungen plausibel, kann jedoch das Auftreten von Druckspannungen nicht beschreiben. Besonders auffällig ist, dass beim Vergleich verschiedener Untersuchungen von inneren Spannungen in Nickelsulfamatbädern die gemessenen inneren Spannungen zwar bei Variation von Einflussparametern ähnliche Tendenzen aufweisen, allerdings die gemessenen Absolutwerte stark abweichen. Dies legt die Vermutung nahe, dass die inneren Spannungen von Störungen im atomaren Aufbau der Schicht, die sowohl auf der Mitabscheidung von Wasserstoff als auch auf anderen Verunreinigungen beruhen, auch wenn diese nur in sehr geringen Mengen vorhanden sind, verursacht werden. Solche Verunreinigungen stammen aus den Grundchemikalien des Bades und werden im Verlauf der Arbeiten in das galvanische Bad eingetragen oder entstehen dort durch Nebenreaktionen [Hea04].

Zudem wird diese Theorie durch Untersuchungen der Auswirkung der selektiven Abscheidung und Aktivkohlereinigung des galvanischen Bades auf die inneren Spannungen gestützt. Hierbei verringerten sich nach einer Reinigung des Bades die inneren Spannungen der abgeschiedenen Schicht signifikant [Har88], [Bru84]. Aufgrund der Vielzahl der Einflussparameter ist eine exakte elektrochemische Modellbildung schwierig und es ist kein allgemeingültiges Modell aus der Literatur bekannt.

In der angewandten Galvanotechnik ist es deshalb zielführend, die Eigenspannung einer Schicht bei möglichst gleichen Bedingungen zu messen, unter denen später die Beschichtung eines Werkstücks erfolgt. Die Einstellung der gewünschten inneren Spannungen erfolgt durch die Variation der Prozessparameter, wobei die Auswirkung der Variation auf die inneren Spannungen der Schicht in Form von Trends bekannt und gültig sind.

6.4.2 Versuchsreihe 1 zur Messung innerer Spannungen

Zur Messung der inneren Spannungen wird das Messverfahren des biegsamen Streifens ausgewählt. Ein Metallstreifen wird einseitig galvanisch beschichtet. Bei Zugspannung verbiegt er sich in Richtung der galvanischen Beschichtung, bei Druckspannungen entgegengesetzt. Die Auslenkung an der Balkenspitze ist ein Maß für die inneren Spannungen der galvanischen Schicht [Lip04]. Das Verfahren ermöglicht eine galvanische Abscheidung in beiden Anlagen unter denselben Bedingungen wie bei der Herstellung der Trennmembranen. Die abgeschiedene Schichtdicke liegt mit 20 µm im gleichen Bereich wie die der Trennmembran. Der Gesamtmeßfehler des Verfahrens liegt bei 3,15 %.

In der ersten Versuchsreihe werden die inneren Spannungen einer galvanisch abgeschiedenen Schicht in Abhängigkeit der in Tabelle 6.3 aufgeführten Parametern untersucht.

Tabelle 6.3: Variierte Prozessparameter bei der Versuchsreihe 1

Badzusammensetzung			
Nickelsulfamat	214 g/l	340 g/l	466 g/l
Nickelchlorid	0 g/l	15 g/l	30 g/l
Abscheidungsbedingungen			
pH-Wert	3	4	5
Temperatur	30 °C	50 °C	70 °C
Stromdichte	50 mA/cm ²	125 mA/cm ²	200 mA/cm ²
Borsäure	konstant 30 g/l		

6.4 Untersuchung der inneren Spannungen galvanisch abgeschiedener Nickelschichten

Die Untersuchung findet in der Becherglasgalvanik statt. Der einfache Versuchsaufbau ermöglicht einen schnellen und kostengünstigen Neuansatz der Bäder.

Die Anzahl der Versuche kann durch Anwendung eines D-optimalen Versuchsplans von 243 bei einem vollfaktoriellen Versuchsplan auf 42 reduziert werden. Dabei liegt die Anzahl der Versuche um den Faktor 1,5 über der Mindestanzahl.

Es werden 3 Badansätze benötigt, da durch die Zugabe von Badbestandteilen und die Einstellung des pH-Wertes nur Veränderungen in eine Richtung möglich sind. Als Ansatzfunktion wird eine quadratische Funktion mit einfachen Wechselwirkungen gewählt, die die fünf Parameter und 21 β -Koeffizienten beinhaltet.

Die Messergebnisse der inneren Spannungen der Nickelschicht werden in Form von Polynomen bestehend aus Einflusskoeffizienten und Parametern dargestellt. Bei der Darstellung der Koeffizienten werden diese mit dem Mittelwert des oder der jeweiligen Parameter multipliziert. Abbildung 6.13 gibt einen Überblick über die normierten Einflüsse der Bad und Abscheidungsbedingungen auf die inneren Spannungen der Nickelschicht.

Bei den Einflussfaktoren auf die Eigenspannungen sind die linearen Einflüsse bestimmend. Die quadratischen Einflüsse und die Wechselwirkungen spielen eine untergeordnete Rolle. Eine weitere Diskussion der Ergebnisse erfolgt in Kapitel 6.4.4 im Vergleich mit der zweiten Versuchsreihe und den in der Fachliteratur ausgewiesenen Werten.

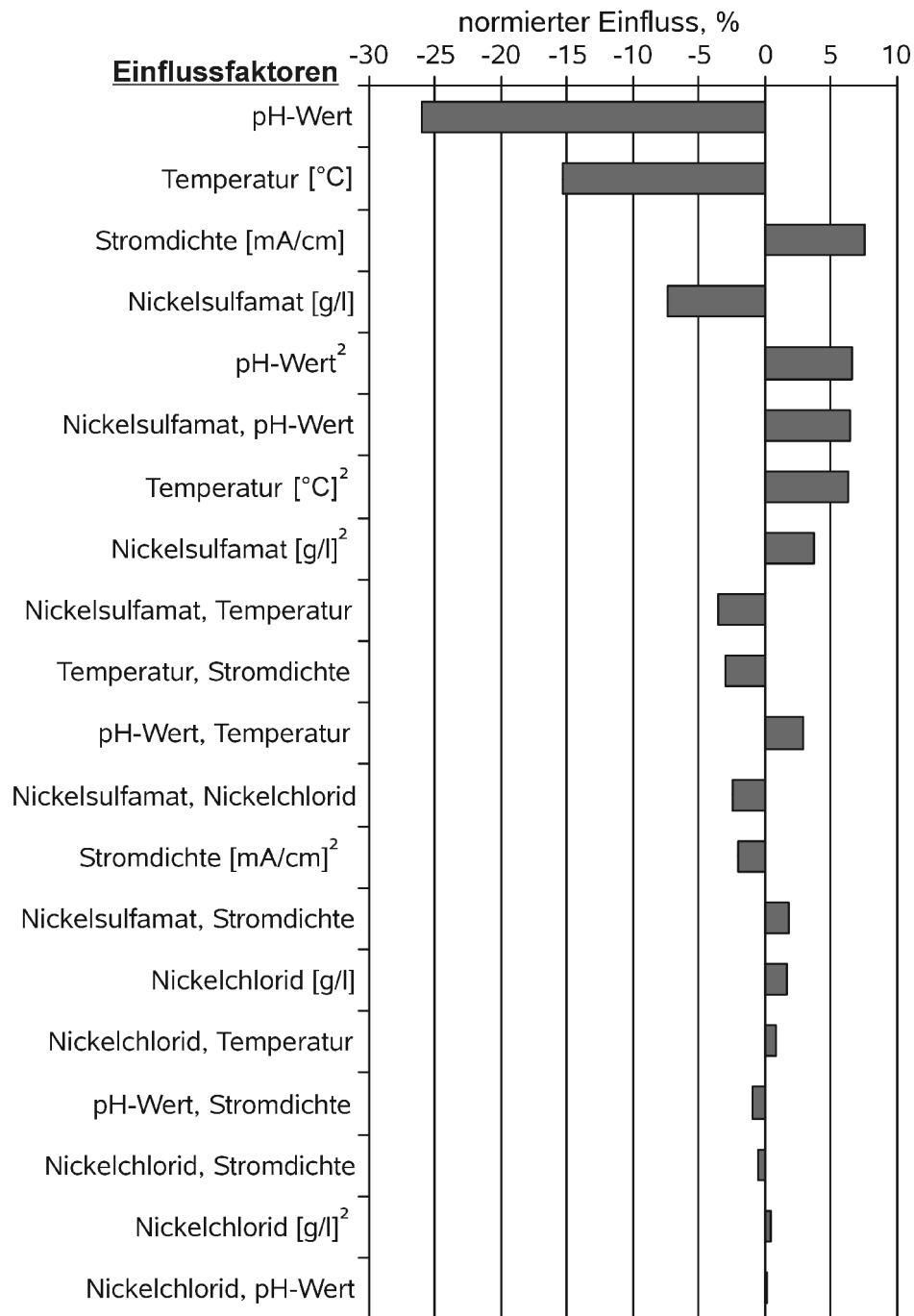


Abbildung 6.13: Normierte Einflussfaktoren auf die inneren Spannungen der Versuchsreihe 1

6.4.3 Versuchsreihe 2 zur Messung innerer Spannungen

Zur Bestätigung der Versuchsergebnisse der ersten Versuchsreihe werden die Versuche mit der Galvanikanlage für Mikrosystemtechnik teilweise wiederholt. Die Badzusammensetzung wird nicht variiert, dafür werden die Einflüsse der Kathodenrotation und der Anströmung untersucht, wie Tabelle 6.4 zeigt.

Tabelle 6.4: Variierte Prozessparameter bei der Versuchsreihe 2

Badzusammensetzung fest			
Nickelsulfamat	340 g/l		
Nickelchlorid	0 g/l		
Borsäure	35 g/l		
Abscheidungsbedingungen			
pH-Wert	3	4	5
Temperatur	30 °C	50 °C	65 °C
Stromdichte	50 mA/cm²	125 mA/cm²	200 mA/cm²
Rotation	1 l/min	30 l/min	90 l/min
Durchströmung	6 l/min	9 l/min	15 l/min

Zur Durchführung der Versuche wird wie in der vorherigen Versuchsreihe ein D-optimaler Versuchsplan entworfen und eine Zielfunktion mit linearem und quadratischen Anteil sowie einfachen Wechselwirkungen gewählt.

Die Haupteinflussfaktoren auf die inneren Spannungen sind die Temperatur und die Stromdichte. Die Einflüsse der anderen Parameter wie Anströmung und Rotation sind so untergeordnet, dass sie unter dem quadratischen Anteil der Temperatur und der Wechselwirkung von Stromdichte und Temperatur liegen. Der relativ kleine Einfluss der quadratischen Anteile und der Wechselwirkungen stimmen mit den Untersuchungsergebnissen aus Versuchsreihe 1 überein.

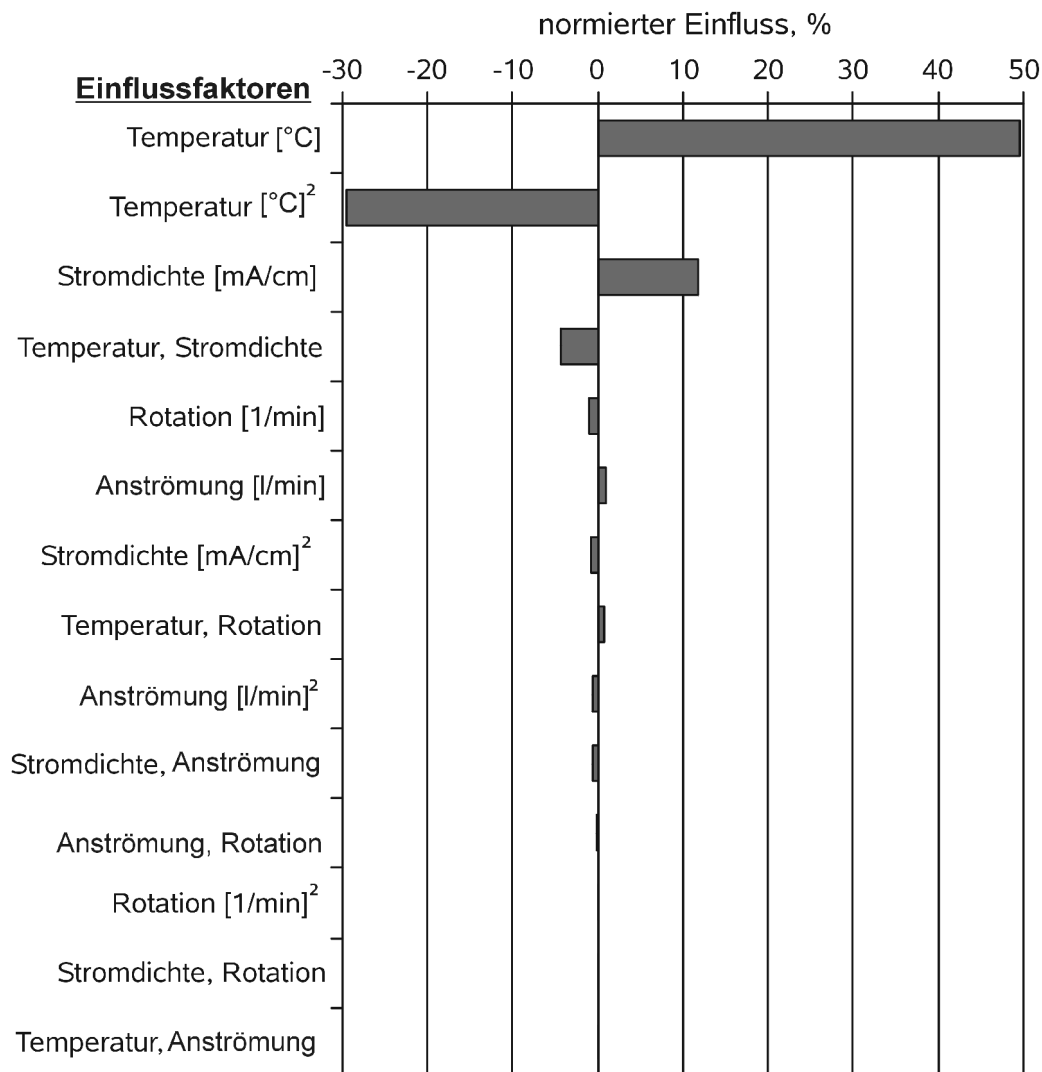


Abbildung 6.14: Normierte Einflussfaktoren auf die inneren Spannungen der Messreihe 2

6.4.4 Diskussion der Messergebnisse

Zur Bestätigung der Versuchsergebnisse zu den Einflussfaktoren auf die inneren Spannungen werden Vergleichswerte aus der Fachliteratur hinzugezogen. Grundlegende Untersuchungen zur Abscheidung von Nickel aus Sulfamatelektrolyten wurden von den Autoren BARRET 1950, DIGGIN 1954 sowie FANNER und HAMMOND 1964 durchgeführt. Die Ergebnisse dieser vier Autoren sind in [Ham64] zusammengefasst. Eine weitere Quelle sind die Untersuchungen von BRUGGER, die in [Bru84] im Vergleich zu vielen anderen Literaturstellen diskutiert werden.

6.4 Untersuchung der inneren Spannungen galvanisch abgeschiedener Nickelschichten

Die Badzusammensetzung und Abscheidungsbedingungen sind in Tabelle 6.5 zusammengefasst. In den jeweiligen Untersuchungen wird ein Einflussparameter variiert, während die anderen Parameter ihren Festwert beibehalten.

Tabelle 6.5: Badzusammensetzungen der Vergleichsbäder aus der Fachliteratur

	HAMMOND [HAM64]	BRUGGER [BRU84]
Nickelsulfamat	340 g/l	180 g/l
Nickelchlorid	3,3 g/l	k. A.
Borsäure	30 g/l	k. A.
pH-Wert	4,0	3,7
Temperatur	50 °C	50 °C
Stromdichte	43 mA/cm ²	60 mA/cm ²

Vergleichend werden die in den Versuchsreihen 1 und 2 erzeugten Messwerte den Literaturwerten gegenübergestellt. Dabei werden die Ergebnisse der Versuchsreihe 1 und der Versuchsreihe 2 aufgrund der polynominalen Darstellung durch Einsetzen der entsprechenden Parameterwerte auf die Badzusammensetzungen aus Tabelle 6.5 umgerechnet. Die resultierenden Kurven sind als „Laborversuch H“ zum Vergleich mit den Untersuchungsergebnissen von HAMMOND und als „Laborversuch B“ zum Vergleich mit den Untersuchungsergebnissen von BRUGGER gekennzeichnet.

Einfluss der Nickelsulfamatkonzentration auf die inneren Spannungen

Bei steigender Nickelsulfamatkonzentration nehmen die inneren Spannungen in der abgeschiedenen Schicht zu. Dies ist auf die steigende Konzentration von Verunreinigungen im galvanischen Bad zurückzuführen, die mit zunehmender Menge an Nickelsulfamat eingetragen werden und Störungen im Kristallgitterbau der Metallschicht verursachen. Die maximale Stromdichte liegt mit 200 mA/cm² unterhalb der Grenzstromdichte, so dass die inneren Spannungen nicht durch die Einlagerung von Nickelhydroxid hervorgerufen werden.

Der Vergleich mit Literaturwerten ist nur punktuell möglich, da keine Arbeiten über den Einfluss der Nickelsulfamatkonzentration auf die inneren Spannungen vorliegen.

Die erzielten Messergebnisse decken sich mit den Messwerten von FANNER und HAMMOND 23,4 N/mm² bei 340 g/l Nickelsulfamat.

Die Versuchsreihe von BRUGGER erreicht einen höheren Wert von 40 N/mm² bei 180 g/l Nickelsulfamat, wie Abbildung 6.15 zeigt.

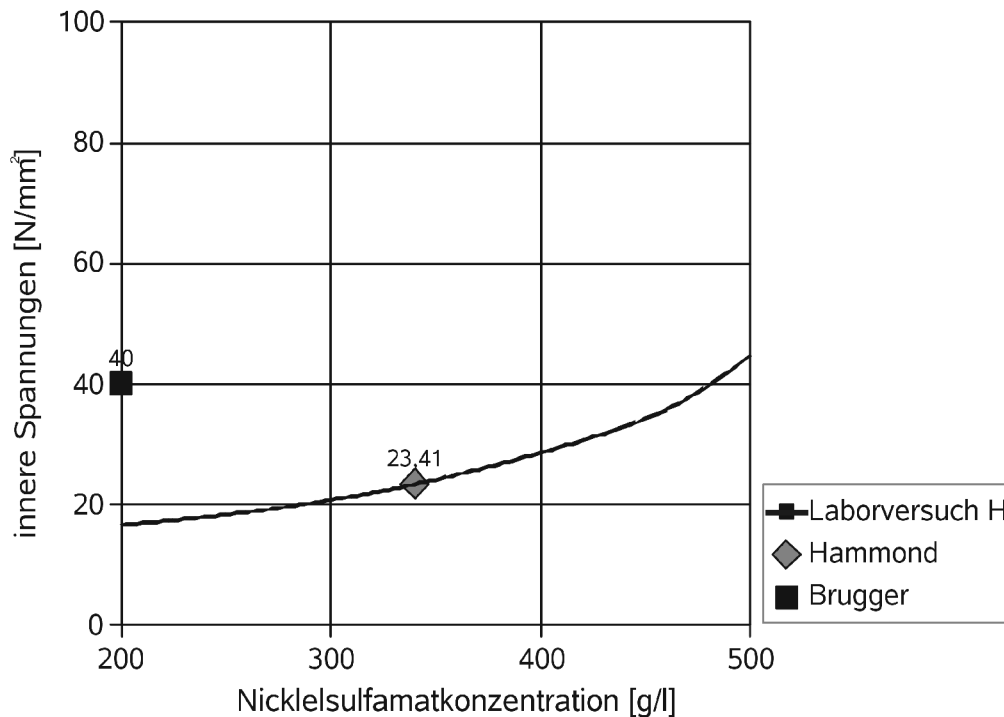


Abbildung 6.15: Innere Spannungen in Abhängigkeit von der Nickelsulfamatkonzentration

Einfluss der Nickelchloridkonzentration auf die inneren Spannungen

In der Literatur wird die Nickelchloridkonzentration immer als Ursache für innere Spannungen angegeben. Dieser Einfluss kann durch die Untersuchungen bestätigt werden. Mit den Versuchsergebnissen von HAMMOND werden die Absolutwerte bestätigt, vor allem im Bereich niedriger Nickelchloridkonzentrationen. Die Steigung, die den Einfluss des Nickelchlorids ausdrückt, ist bei den Versuchsergebnissen von HAMMOND allerdings wesentlich größer als bei der eigenen Versuchsreihe. Damit steht die Untersuchung von HAMMOND auch im Widerspruch zu den Untersuchungen von BRUGGER. Abbildung 6.16 zeigt, dass bei ihnen die Absolutwerte in einem höheren Bereich liegen, die Steigung entspricht aber den Ergebnissen der Laborversuche.

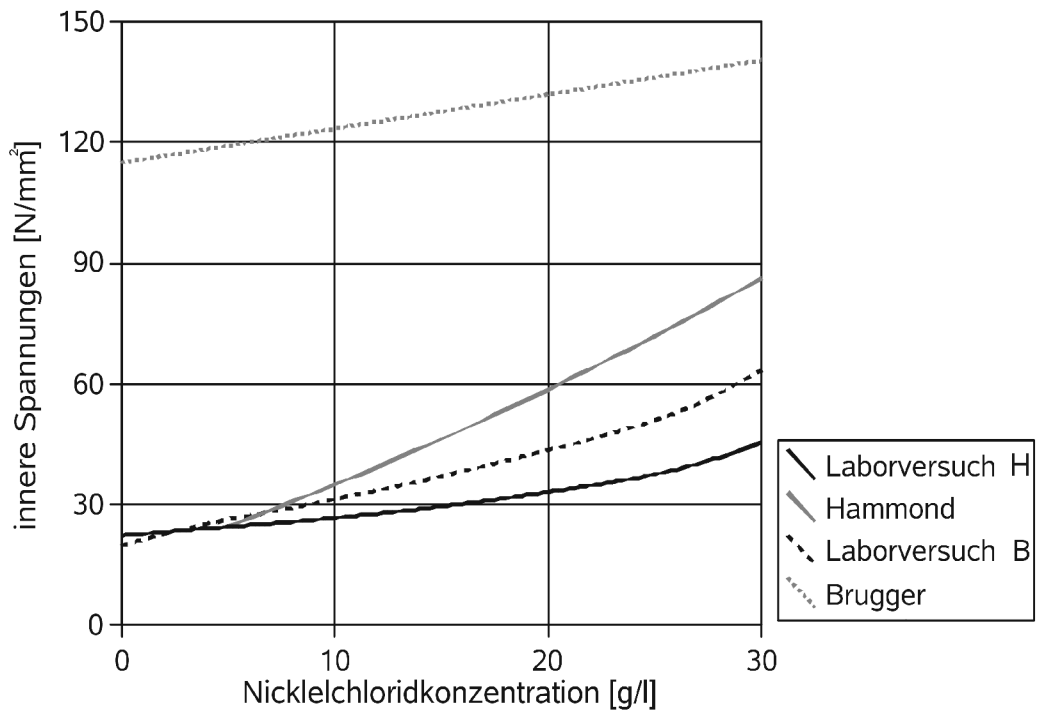


Abbildung 6.16: Innere Spannungen in Abhängigkeit von der Nickelchloridkonzentration

Einfluss des pH-Wertes auf die inneren Spannungen

Die inneren Spannungen der abgeschiedenen Schicht weisen bei einem pH-Wert im Bereich zwischen 3,5 und 4 ein Minimum auf [Jel97], [Ham64], [Bru84]. Die Ausprägung dieses Verhaltens ist bei den Messreihen mit einer Stromdichte von 60 mA/cm² und 129 mA/cm² von BRUGGER besonders deutlich. Wie Abbildung 6.17 zeigt, sind die Absolutwerte wesentlich höher als bei den anderen Messungen. Die Ergebnisse der eigenen Untersuchungen decken sich relativ gut mit den Resultaten von HAMMOND und weisen ein wesentlich weniger ausgeprägtes Minimum auf.

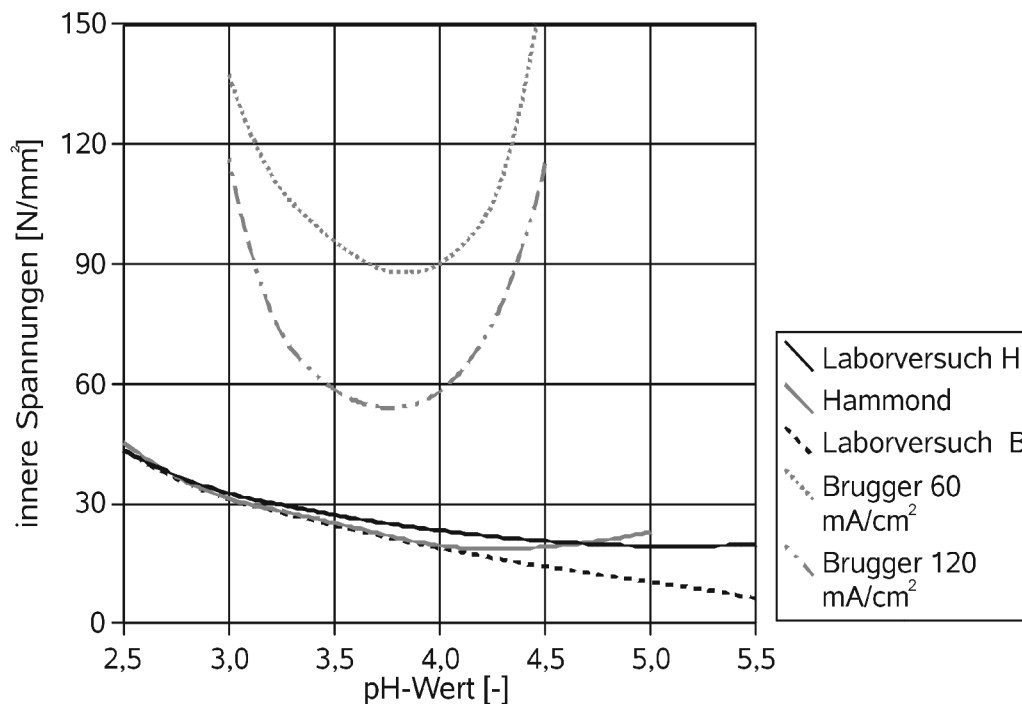


Abbildung 6.17: Innere Spannungen in Abhängigkeit des pH-Wertes

Einfluss der Temperatur auf die inneren Spannungen

Eine steigende Temperatur des galvanischen Bades führt zu einer Verringerung der inneren Spannungen, wie Abbildung 6.18 zeigt. Ursache dafür ist ein schnellerer Ablauf der Reaktionen, insbesondere der Diffusionsvorgänge, so dass weniger Störungen im Metallgitter eingetragen werden. Aufgrund der höheren Beweglichkeit der Ad-Atome erfolgt ein energetisch günstigerer Einbau. Bei den durchgeführten Versuchen treten bei niedrigen Badtemperaturen von 30 °C und einer Stromdichte von 200 mA/cm² die ersten Spuren von Nickelhydroxid in kristalliner Form auf. Dies als „Anbrennen“ bezeichnete Phänomen weist auf eine für diese Abscheidungsbedingungen zu hohe Stromdichte hin. Durch den Einbau von Nickelhydroxid in das Kristallgitter kommt es zu inneren Spannungen der abgeschiedenen Schicht.

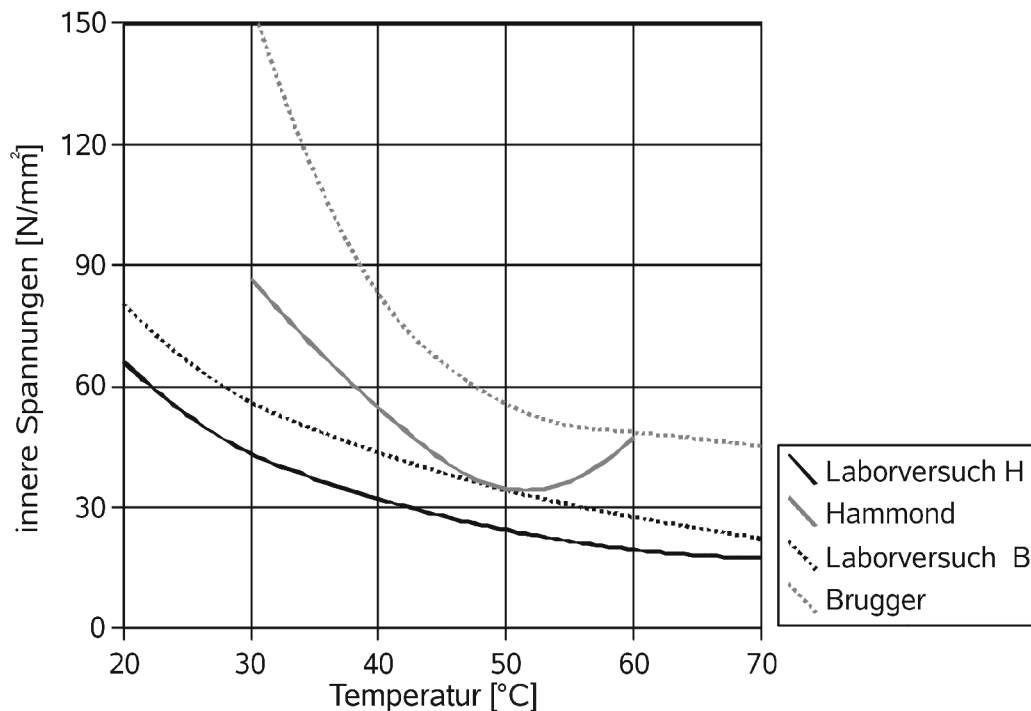


Abbildung 6.18: Innere Spannungen in Abhängigkeit von der Badtemperatur

Mit den Versuchsreihen auf der Anlage für mikrosystemtechnische Anwendungen konnten diese Ergebnisse bestätigt werden.

Einfluss der Stromdichte auf die inneren Spannungen

Mit steigender Stromdichte steigen auch die inneren Spannungen in der abgeschiedenen Schicht. Abbildung 6.18 zeigt, dass die von BRUGGER gemessenen hohen Absolutwerte und der steile Anstieg durch die Messungen von HAMMOND und die eigenen Untersuchungsergebnisse nicht bestätigt werden.

Insbesondere bei niedriger Nickelsulfamatkonzentration, entsprechend der von BRUGGER verwendeten Badrezeptur, kommt es bei den eigenen Messreihen zu einer Abflachung des Anstiegs der inneren Spannungen.

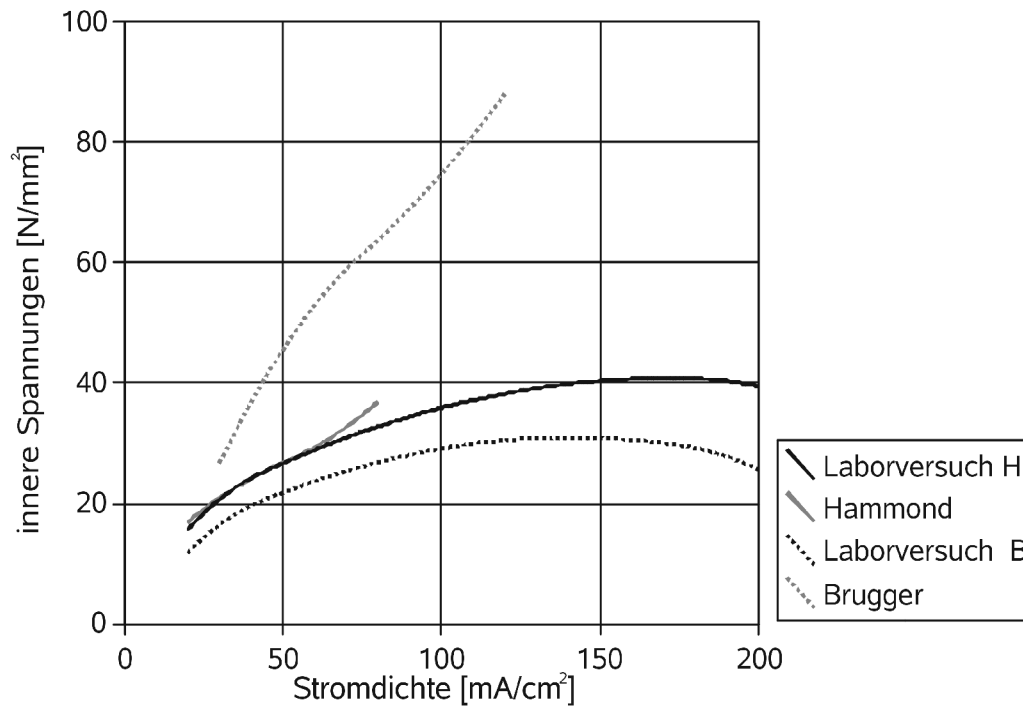


Abbildung 6.19: Innere Spannungen in Abhängigkeit von der Stromdichte

Bei der Wiederholung der Messungen in der Galvanikanlage für mikrosystemtechnische Anwendungen zeigen die inneren Spannungen in Abbildung 6.20 einen signifikant höheren Absolutwert. Der Anstieg der inneren Spannungen ist linear zur Stromdichte. Die deutliche Abflachung mit zunehmender Stromdichte tritt nicht auf. Aufgrund der sehr gezielten laminaren Badströmung wird in der Anlage für mikrosystemtechnische Anwendungen die Ionenkonzentration vor der Kathode konstant gehalten.

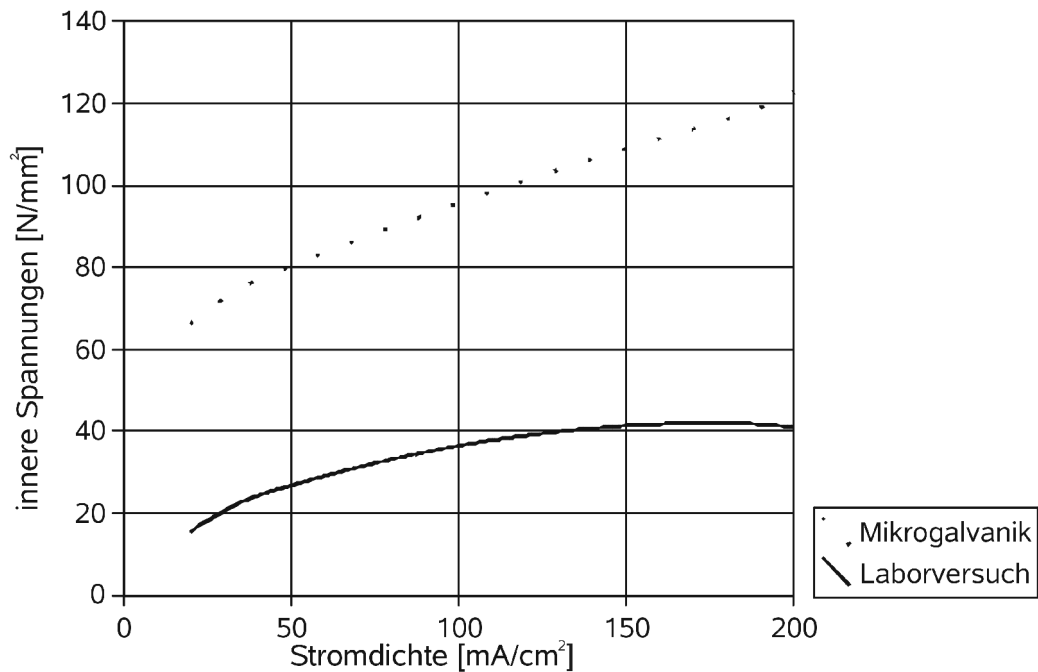


Abbildung 6.20: Innere Spannungen in Abhängigkeit von der Stromdichte

Rotation und Anströmung

Durch Variation der Anströmung und der Rotation der Kathode sind Veränderungen im Gefüge der Diffusionszonen bei der galvanischen Abscheidung zu erwarten. Abbildung 6.21 zeigt die experimentellen Ergebnisse.

Die Veränderung der Kathodenrotation hat keinen Einfluss auf die inneren Spannungen der abgeschiedenen Schicht, obwohl die Messstreifen nicht die gesamte Fläche der Kathode bedecken.

Bei zunehmender Anströmung werden die inneren Spannungen reduziert. Dieser Effekt tritt bei allen Stromdichten auf, so dass er nicht mit einer Verarmung an Ladungsträgern begründet werden kann. Die Reduktion der Ausdehnung der Diffusionszone und die vermehrte Bewegung der Metallionen und Ad-Atome führt zu einem homogeneren spannungsärmeren Schichtgefüge.

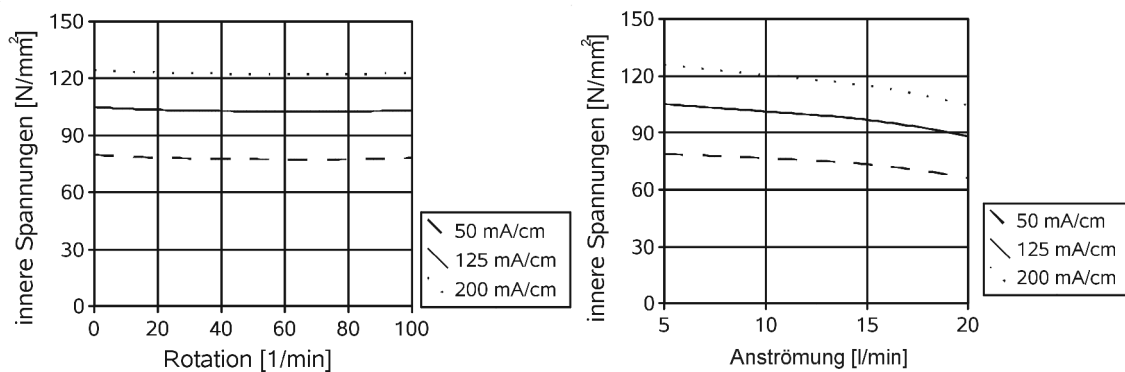


Abbildung 6.21: Innere Spannungen in Abhängigkeit von der Kathodenrotation und -anströmung

6.5 Messung des Elastizitätsmoduls

Der Elastizitätsmodul der galvanisch abgeschiedenen Nickelschicht wird mit einem Messplatz zur Charakterisierung von piezokeramischen Biegeaktoren bestimmt. Der Messplatz funktioniert nach dem Prinzip des am freien Ende punktförmig belasteten Biegebalkens und weist den in Abbildung 6.22 gezeigten Aufbau auf :

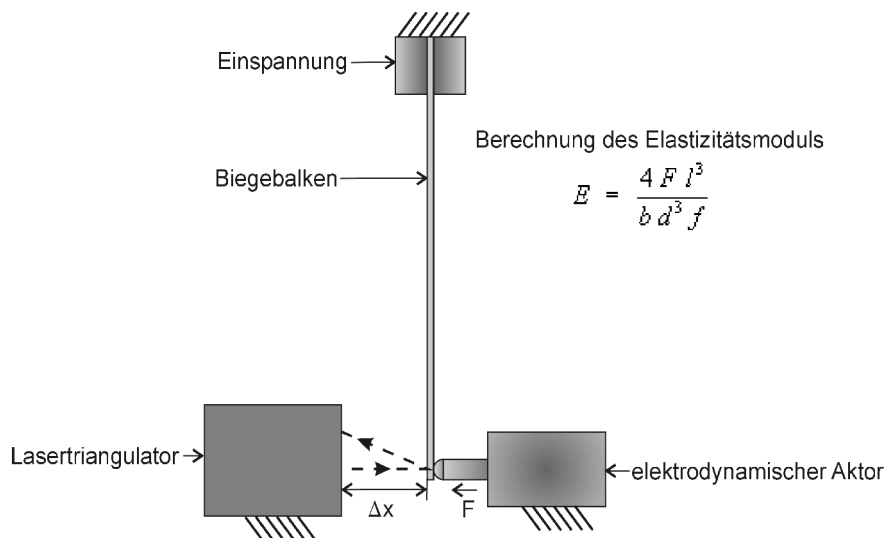


Abbildung 6.22: Biegebalken-Messplatz zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls

In einer Einspannung wird die balkenförmige Werkstoffprobe eingespannt. Durch einen elektrodynamischen Aktor erfolgt die Auslenkung der Werkstoffprobe mit einer vorgegebenen Kraft. Die dabei auftretende Verformung wird mit einem Lasertriangulator gemessen. Um die mechanische Reibung im elektrodynamischen Aktor und in der Einkopplung der Kraft in die

Werkstoffprobe zu kompensieren, wird eine aufsteigende und eine absteigende Messung durchgeführt und der Messwert gemittelt. Die Messgenauigkeit liegt bei 1 % [Rüb06].

Die Messung erfolgt an einem Nickelstreifen, Länge 50 mm, Breite 10 mm, Dicke 400 µm, der auf einem Aluminiumsubstrat, das nach der galvanischen Abscheidung mit Natriumhydroxid zersetzt wird, aufgewachsen ist [Win71], [Pem05].

Der Elastizitätsmodul für galvanisch abgeschiedene Nickelschichten liegt im Bereich des Wertes für Nickel aus der Schmelze von 196,8 GPa. Tabelle 6.6 sind die Werte eigener und in der Literatur veröffentlichter Messungen zu entnehmen:

Tabelle 6.6: *Elastizitätsmodule galvanisch abgeschiedener Nickelschichten*

Elastizitätsmodul	Quelle	Kommentar
182 GPa	Galvanoform GmbH	Stromdichte 10 mA/cm ² , Nickelsulfatbad
150,3 GPa	[Not01]	Stromdichte 10 mA/cm ² , Schichtdicke 120 bis 500 µm, Nickelsulfamatbad
171 GPa	[Fri02]	Stromdichte 15 mA/cm ² , Schichtdicke 140 µm, Nickelsulfamatbad
204 GPa	[Fri02]	Stromdichte 2 mA/cm ² , Schichtdicke 140 µm, Nickelsulfamatbad
179 GPa	Messung	Stromdichte 50 mA/cm ² , Schichtdicke 320 µm, Nickelsulfamatbad
161 GPa	Messung	Stromdichte 125 mA/cm ² , Schichtdicke 310 µm, Nickelsulfamatbad
156 GPa	Messung	Stromdichte 200 mA/cm ² , Schichtdicke 280 µm, Nickelsulfamatbad
142 GPa	Messung	Stromdichte 100 mA/cm ² , Pulse-Plating 500 Hz, 10 %, Schichtdicke 160 µm, Nickelsulfamatbad

In Übereinstimmung mit [Fri02a] und [Lar03] wird die Zunahme des Elastizitätsmoduls mit der Verringerung der Stromdichte und damit der Korngröße beobachtet.

6.6 Untersuchung der Schichtbeschaffenheit

Zur Erfüllung der Funktionalität als hermetisch dichte Membran ist die Kenntnis über die Schichtbeschaffenheit des Nickelniederschlages von Bedeutung. Aus der Korngröße lassen sich erste Aussagen treffen, bei welcher Schichtstärke eine hermetisch dichte Schicht zu erwarten ist. Damit verkürzen sich die Untersuchungen zur Hermetizität, da eine hermetisch dichte Schicht etwa bei einer Stärke der 1,5-fachen Korngröße eintritt. Das Auftreten von Poren und

Rissen schränkt die Eignung der Schicht als Membran stark ein und sollte ebenfalls unterbunden werden.

Im Folgenden werden das Messverfahren, die Versuchsreihe und die Ergebnisse beschrieben.

Messung der Korngröße, Poren und Risse

Die Messung der Korngröße, Poren und Risse erfolgt mit einem Auflichtmikroskop. Im Vergleich zu Messungen mit dem Elektronen-Rastermikroskop erweist sich die Präparation der Proben und die Handhabung als einfacher. Die Aussagekraft der Bilder ist gleichwertig. Durch einen unter dem Mikroskop vermessenen Maßstab wird die Größe der Körner und Poren bestimmt.

Festlegung der Versuchsreihe

Den größten Einfluss auf die Porenbildung hat die Entstehung und der Verbleib von Wasserstoffblasen auf der Substratoberfläche [Kle80], [Har88]. Die Korngröße der Nickelschicht wird durch die Verhältnisse bei der Keimbildung und dem Keimwachstum bestimmt [Not01].

Die galvanische Abscheidung erfolgt auf ein Chrom-Nickel-Stahlblech als Substrat. Tabelle 6.7 zeigt die Abscheidungsbedingungen, unter denen die Untersuchungen in der Galvanikanlage für mikrosystemtechnische Anwendungen durchgeführt werden.

Tabelle 6.7: Feste und variierte Parameter zur Untersuchung der Korngröße

Feste Parameter		Variable Parameter			
Nickelsulfamat	250 g/l	pH-Wert	3	4	
Borsäure	35 g/l	Stromdichte	50 mA/cm ²	200 mA/cm ²	
Temperatur	50 °C	Anströmung	6 l/min	9 l/min	12 l/min
Schichtdicke	50 µm	Rotation	1 /min	30 /min	90 /min

Untersuchungsergebnisse zur Porenbildung und Korngröße

Die Untersuchung der Porenbildung durch Wasserstoffblasen erfolgt bei hohen Stromdichten von 200 mA/cm² und beschreibt den Einfluss von Anströmung und Rotation. Abbildung 6.23 zeigt die Untersuchungsergebnisse.

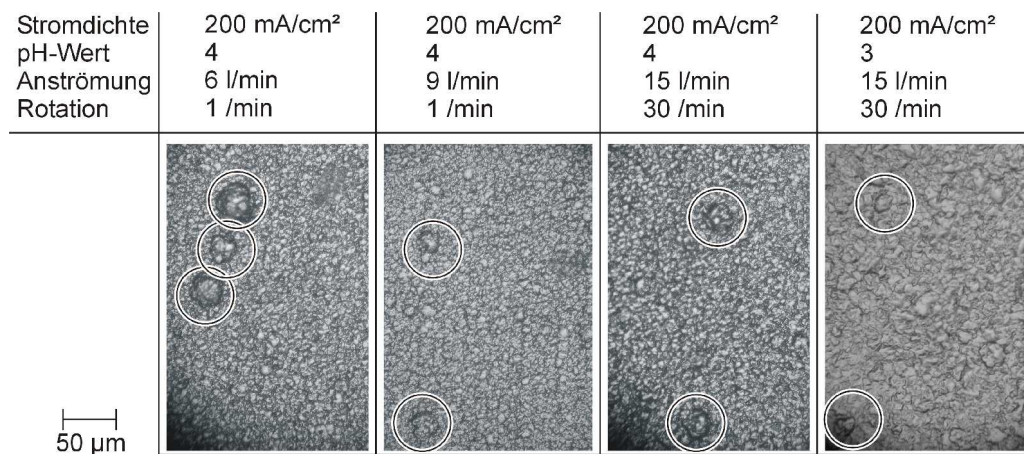


Abbildung 6.23: Porenbildung durch Wasserstoffblasen

Eine Anströmung von bis zu 15 l/min und eine Rotation von bis zu 30 /min sind nicht ausreichend, um bei einer Stromdichte von 200 mA/cm² ohne das Auftreten von Wasserstoffblasen galvanisch abzuschneiden. Auch der pH-Wert hat auf die Blasenbildung keinen entscheidenden Einfluss. Erst bei einer Erhöhung der Rotation auf 90 /min und bei einer Anströmung von 15 l/min entsteht eine porenfreie Schicht, wie Abbildung 6.24 zeigt.

Die Korngröße wird maßgeblich durch die Stärke der Anströmung bestimmt. Bei Variation der Kathodenrotation sind keine signifikanten Veränderungen in Abbildung 6.23 sichtbar. Bei der Stromdichte von 200 mA/cm² liegt die Korngröße bei ca. 8 µm bei einer Anströmung von 15 l/min zeichnet sich eine leichte Verfeinerung ab.

Bei einer Stromdichte von 50 mA/cm² liegt die Korngröße bei einer Anströmung von 6 l/min im Bereich von 8 µm. Bei Erhöhung der Anströmung auf 9 l/min setzt eine signifikante Kornverfeinerung ein, bei einer Anströmung von 15 l/min wird eine Korngröße von 4 µm erreicht. Durch Reduzierung des pH-Wertes auf 3 wird die Korngröße erheblich auf 10 µm erhöht.

Die erzielten Messergebnisse decken sich mit den [Kle80] und [Wal05].

Die Herstellung möglichst dünner hermetisch dichter Schichten sollte mit einer Anströmung von 15 l/min, einer Rotation von 90 Umdrehungen je Minute und einem pH-Wert von 4 durchgeführt werden.


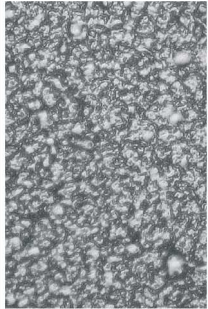
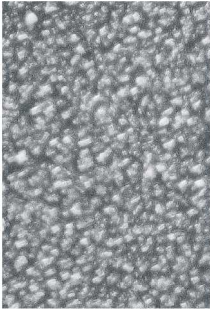
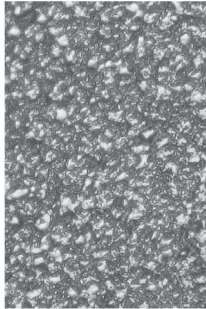
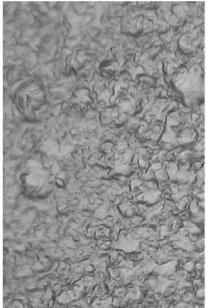
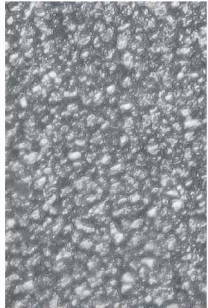
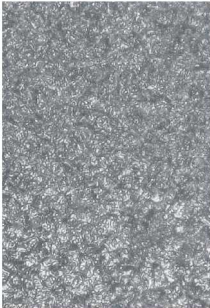
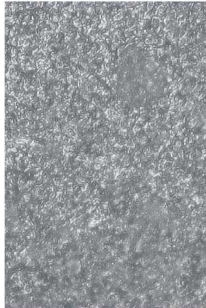

Stromdichte pH-Wert Anströmung Rotation	200 mA/cm ² 4 6 l/min 90 /min	200 mA/cm ² 4 9 l/min 90 /min	200 mA/cm ² 4 15 l/min 90 /min	200 mA/cm ² 3 9 l/min 90 /min
				
				
Stromdichte pH-Wert Anströmung Rotation	50 mA/cm ² 4 6 l/min 90 /min	50 mA/cm ² 4 9 l/min 90 /min	50 mA/cm ² 4 15 l/min 90 /min	50 mA/cm ² 3 15 l/min 90 /min

Abbildung 6.24: Korngrößen bei verschiedenen Abscheidungsbedingungen

6.7 Messung der Hermetizität

Aufbauend auf die Messungen zur Korngröße erfolgt die Messung der Hermetizität der galvanisch abgeschiedenen Nickelschicht, die ein entscheidendes Kriterium für die Funktion der Trennmembran ist.

Messverfahren zur Bestimmung der Hermetizität einer Schicht

Zur Messung der Hermetizität gibt es zwei prinzipielle Untersuchungsmethoden. Bei der ersten ist es notwendig die Nickelschicht vom Substrat zu lösen. Dies kann entweder durch eine nichthaftende Abscheidung erfolgen, wobei beim Ablösen insbesondere dünner Schichten unter 20 µm die Gefahr der Perforation gegeben ist, oder durch Abscheidung auf ein Aluminiumsubstrat, das nach der Abscheidung durch Natriumhydroxid gelöst wird [Win71], [Pem05].

Anschließend erfolgt die Untersuchung der Dichtigkeit durch Durchlichtverfahren oder Heliumlecktest. Bei der zweiten Untersuchungsmethode wird die Nickelschicht ebenfalls auf ein

Aluminiumsubstrat abgeschieden. Dieses wird ebenfalls in ein Natriumhydroxidbad gegeben und die Blasenbildung auf der Nickelschicht beobachtet. Treten Gasblasen aus, ist die Nickelschicht nicht hermetisch dicht. Dieses Verfahren zeichnet sich durch seine schnelle und einfache Anwendbarkeit aus und wird für die folgenden Untersuchungen eingesetzt.

Festlegung der Versuchsreihe

Die Grenze zur Erreichung einer dichten Schicht wird bei einer Stärke von 10 μm vermutet. Nur in diesem Grenzbereich lässt sich durch die Anzahl der Perforationen je cm^2 eine Aussage über den Einfluss der Abscheidungsparameter auf die Schicht treffen.

Als Substrat dienen Aluminiumstreifen, die mit Zinkatbeize vorbehandelt wurden. Die Abscheidung erfolgt in der Anlage für mikrosystemtechnische Anwendungen.

Tabelle 6.8 zeigt die festen und variierten Prozessparameter. Die zur Minimierung der Korngröße ermittelten Prozessparameter werden beibehalten, Stromdichte, Pulsfrequenz und Puls-Pausen-Verhältnis werden variiert.

Tabelle 6.8: Feste und variable Parameter zur Untersuchung der Hermetizität

Feste Parameter		Variable Parameter			
Nickelsulfamat	250 g/l	Schichtdicke	10 µm		15 µm
Borsäure	35 g/l	Stromdichte	10, 50, 100, 200 mA/cm²		
Temperatur	50 °C	Pulsfrequenz	20 Hz	100 Hz	500
pH-Wert	4	Puls-Pausen-Verh.	5 %	10 %	25 %
Anströmung	15 l/min	Substrat	Aluminium geschliffen		
Rotation	90 /min		Si-Wafer, mit Aluminium bedampft		

Ergebnisse der Untersuchungen zur Hermetizität

Bei Gleichstromabscheidung nimmt die Anzahl der Poren mit steigender Stromdichte zu. Nur bei einer Stromdichte von 10 mA/cm^2 wurde eine dichte Schicht erzielt.

Beim Einsatz von Pulse-Plating werden die besten Ergebnisse bei einem Puls-Pausen-Verhältnis von 10 und einer Frequenz von 500 Hz erreicht. Die Schicht ist dicht.

Durch rampenförmige Erhöhung der Stromdichte zu Beginn der Abscheidung auf den Endwert von 50 mA/cm^2 kann die Anzahl der Poren auf 4 je cm^2 halbiert werden.

Sowohl durch ein Erhöhen der Dicke der Nickelschicht von 10 μm auf 15 μm als auch ein Polieren des Substrats mit Körnung 1200 kann keine Verbesserung der Dichtigkeit erzielt werden. Bei einer Abscheidung auf einen Silizium-Wafer, der mit einer 1 μm dicken Aluminumschicht bedampft ist, stellt sich bei einer Stromstärke von 50 mA/cm^2 eine dichte Nickelschicht ein.

Neben den Abscheidungsparametern sind für die Galvanoformung dichter Schichten die Eigenschaften des Substratmaterials von großer Bedeutung [Not01]. Dies sind zum einen die Eigen-

schaften der Oberfläche wie Rauigkeit und Oxidschichten, zum anderen auch die Beschaffenheit des metallischen Gefüges. Dies zeigt sich in den unterschiedlichen Ergebnissen zwischen dem austernitischen Aluminiumblechsubstrat und dem aluminiumbedampften Wafer.

6.8 Untersuchung der Legierungsabscheidung aus Sulfatbädern

Zur Untersuchung von galvanisch abgeschiedenen Legierungen wird ein ternäres Chrom-Nickel-Eisen-Bad in der Becherglasgalvanik angesetzt. Ziel ist es, die Legierungszusammensetzung und die inneren Spannungen in Abhängigkeit der Stromdichte und Chromsulfatkonzentration darzustellen und so eine erste Aussage über die Eignung zur Herstellung von Trennmembranen zu treffen.

Die Auswertung der Legierungszusammensetzung erfolgt durch die energiedispersive Röntgenspektroskopie EDX (Energy Dispersive X-ray Analysis). Dabei wird der Elektronenstrahl eines Rasterelektronenmikroskops dazu benutzt, die Probe zur Emission von charakteristischen Röntgenstrahlen anzuregen. Diese werden von einem Detektor erfasst, der die elementspezifische Energie jedes eintreffenden Photons der Floreszenzstrahlung misst. Durch Zählung der auf den Energieniveaus der Legierungsmetalle eintreffenden Photonen wird die Legierungszusammensetzung ermittelt [Ste05].

6.8.1 Beschreibung des ausgewählten ternären Sulfatbades

Bei dem untersuchten ternären Bad handelt es sich um ein Sulfatbad. Die Harnsäure dient als Komplexbildner, der die Menge an freien Chromionen reduziert und so die Legierungsverhältnisse beeinflusst. Tabelle 6.9 sind die Inhaltsstoffe des Bades zu entnehmen.

Tabelle 6.9: Bestandteile des ternären Sulfatbades

Badbestandteile	Konzentration
Chrom(III)sulfat	200, 250, 300 g/l
Nickel(II)sulfat	112 g/l
Eisen(II)sulfat	56 g/l
Harnstoff	180 g/l
Borsäure	25 g/l

Es wird ein Badvolumen von 1,6 l in der Becherglasgalvanik angesetzt. Die Stromstärke wird zwischen 25 und 200 mA/cm² und der Anteil an Chromsulfat zwischen 200 und 300 g/l variiert. Die Anode besteht aus depolarisierten Nickelpellets in einem Anodenkorb. Als Probekörper dienen die Edelstahlstreifen, die zur Messung der Eigenspannungen benutzt werden.

In der Legierung der galvanischen Schicht werden 1-27 % Chrom, 4 bis 29 % Nickel und 69 bis 74 % Eisen erwartet [Lan84].

6.8.2 Ergebnisse der Legierungsabscheidung

Abbildung 6.25 zeigt die erzielten Abscheidungsergebnisse in Bezug auf die Legierungszusammensetzung in Abhängigkeit der Stromdichte bei einer Chromsulfatkonzentration von 250 g/l. Sie liegen im erwarteten Bereich.

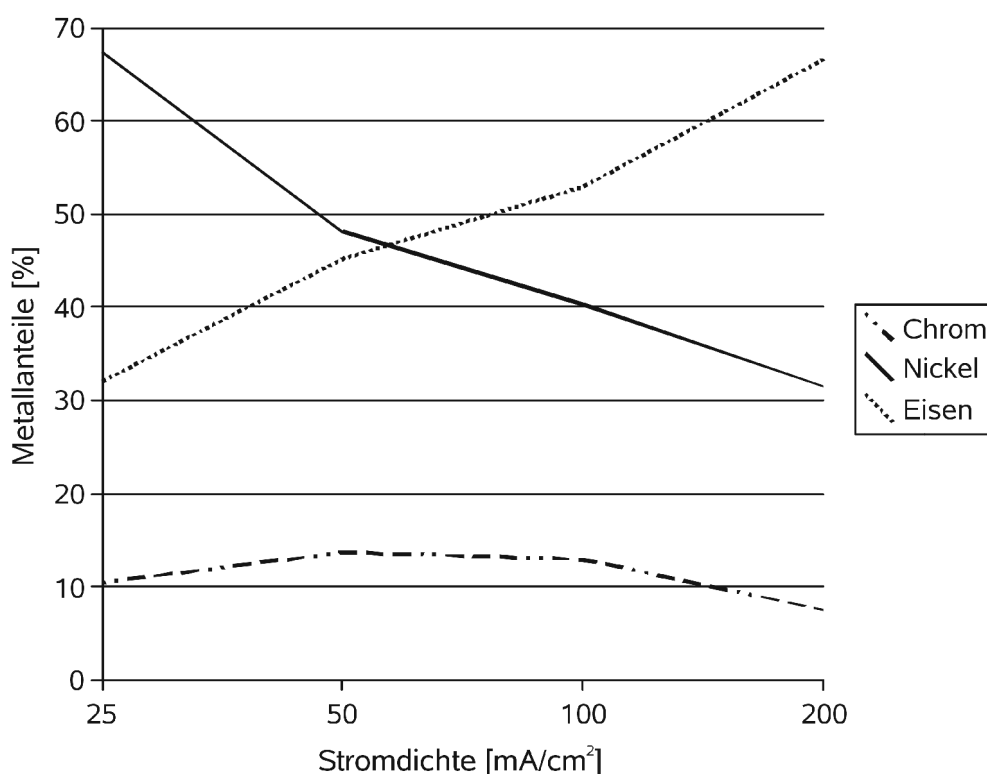


Abbildung 6.25: Legierungszusammensetzung der Abscheidung aus dem ternären Nickelsulfatbad

Durch die Komplexbildung mit Harnstoff wird die Abscheidung von Chrom zuverlässig gehemmt, so dass sein Anteil in der Legierung konstant um die 10 % liegt. Bei den Bestandteilen Nickel und Eisen setzt durch Variation der Stromdichte eine Verschiebung ein. Von einem Verhältnis von 65 % Nickel zu 33 % Eisen bei einer Stromdichte von 25 mA/cm² wandelt sich das Legierungsverhältnis von 36 % Nickel zu 60 % Eisen bei einer Stromdichte von 200 mA/cm². Dieses Verhalten ist typisch für eine diffusionskontrollierte Legierungsabscheidung [Lan84].

Die Steigerung des Chromsulfatanteils von 200 g/l auf 300 g/l hat keine Auswirkung auf die Legierung. Der Anstieg des Nickelanteils und Abfall des Eisenanteils in der Messreihe mit 300 g/l Nickelsulfat ist in der Anwendung einer Nickelanode begründet, so dass bei dieser letzten Messung eine Verarmung an Eisenionen im Bad vorliegt.

Bei den Messungen der Legierungsbestandteile mit dem Elektronenrastermikroskop und EDX liegt als Normal das Edelstahlblech mit 18 % Chrom, 9 % Nickel und 73 % Eisen zugrunde. Abbildung 6.26 zeigt die auftretenden Eigenspannungen im Niederschlag aus dem ternären Sulfatbad in Abhängigkeit der Stromdichte.

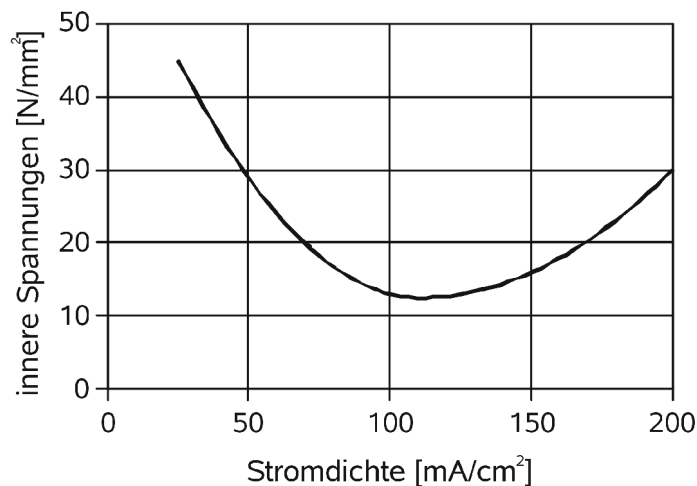


Abbildung 6.26: Innere Spannungen im Niederschlag aus dem ternären Sulfatbad mit 250 g/l Chromsulfat

Mit 12 bis 45 N/mm² liegen die inneren Spannungen im Bereich der von Nickelabscheidungen. Auffällig ist der signifikante Anstieg bei sinkenden Stromdichten kleiner 100 mA/cm². Dieser Anstieg ist in der veränderten Zusammensetzung der Legierung und damit des Kristallgitters begründet.

6.8.3 Beurteilung der Möglichkeiten der Legierungsabscheidung

Bezüglich der Legierung und der Eigenspannungen ist die Herstellung galvanisch abgeschiedenen Trennmembranen prinzipiell möglich.

Die geringe Stromausbeute im Bereich von 30 % führt zur Entstehung von großen Mengen an Wasserstoff. Dies kann zu Störungen der abgeschiedenen Schicht führen, die sich in Form von Poren und Rissen äußern. Die Qualität des Niederschlags war bei Sichtprüfungen allerdings unauffällig.

Durch die Anteile an Eisen und vor allem Chrom erhöht sich der Elastizitätsmodul gegenüber reinen Nickelschichten, so dass sich die Nachgiebigkeit der Trennmembranen verringert.

Untersuchungen zur Hermetizität und zum Korrosionsverhalten von galvanisch abgeschiedenen Legierungen müssen noch durchgeführt werden. Entsprechend den Ergebnissen von LANGLAIS [Lan84] sind Einflussmöglichkeiten durch Puls-Plating zur Steuerung der Legierungszusammensetzung und der Schichtbeschaffenheit möglich.

6.9 Prozessführung zur galvanischen Abscheidung von Trennmembranen

Aus den Versuchsergebnissen werden die Anforderungen an die Galvanikanlage, Badzusammensetzung, Abscheidungsparameter und Messtechnik abgeleitet, die für eine erfolgreiche Abscheidung von Trennmembranen aus Nickelsulfamatbädern eingehalten werden müssen.

Anforderungen an die Galvanikanlage

Die Galvanikanlage muss eine laminare Strömung von mindestens 1 l/min je cm Kathodenbreite zur Verfügung stellen. Zur Erhöhung der Strömungsleistung ist der Einsatz von Venturidüsen möglich.

Die Kathode kann, wie in der verwendeten Anlage, als Rotationskathode ausgeführt sein. Eine nicht rotierende rechteckige Kathode weist jedoch Vorteile bei der Ausnutzung des Bauraums und bei der Kontaktierung auf. Eine Kathodenbewegung von 0,27 m/s, das entspricht der mittleren Geschwindigkeit der rotierenden 4" -Kathode, ist zu gewährleisten. Da bei dieser Geschwindigkeit bei einer linearen Bewegung sehr große Beschleunigungen und Kräfte auftreten, ist eine exzentrische Bewegung vorzuziehen, die wie die Anodenrotation gleichmäßig verläuft.

Die Anode sollte, wie in der Mikrosystemtechnik üblich, als Anodenkasten ausgeführt sein. Als Anodenmaterial besitzen schwefeldepolarisierte Nickelpellets die beste Löslichkeit und stellen die geringsten Anforderungen an die Badrezeptur.

Eine permanente Filtration des Bades mit einer Korngröße von 1 µm verhindert den Einbau von Partikeln in die Nickelschicht.

Anforderungen an die Badzusammensetzung

Um Schichten mit geringen inneren Spannungen herstellen zu können, ist eine geringe Konzentration an Nickelsulfamat zu verwenden und auf Nickelchlorid gänzlich zu verzichten, was bei einer Anode aus schwefeldepolarisiertem Nickel möglich ist. Die Konzentration an Borsäure als pH-Wert-Puffer muss zur Reduzierung von Wasserstoffblasen bei mindestens 35 g/l liegen. Entsprechend ist auch das Netzmittel gemäß der Gebrauchsanweisung hoch zu dosieren.

Auf Badzusätze wurde im Rahmen dieser Arbeit verzichtet. Auch wenn sie eine gezielte Beeinflussung des Nickelniederschlags ermöglichen, werden sie in die Nickelschicht miteingebaut und beeinträchtigen damit die Korrosionsbeständigkeit.

Durch Nebenreaktionen und Verunreinigungen kommt es im Laufe des Betriebes zu einer Alterung des Bades, die Veränderungen des Prozessmodells zur Folge hat. Deshalb sind die Eigenschaften der abgeschiedenen Schichten immer wieder durch Messungen von Eigenspannungen, Korngröße und Elastizitätsmodul zu überprüfen. Durch eine Aktivkohlefilterung können organische Verunreinigungen, die die Eigenspannungen stark beeinflussen, wirkungsvoll reduziert werden.

In der praktischen Anwendung ist es deshalb sinnvoll die variierten Parameter im Prozessmodell möglichst gering zu halten und die Einstellung der Eigenspannungen der galvanisch abgeschiedenen Schicht über die Stromdichte vorzunehmen.

Neben den Veränderungen der Bad- und Abscheidungsparameter zur Einstellung der inneren Spannungen muss immer der Einfluss dieser Maßnahmen auf die Hermetizität der Schicht berücksichtigt werden.

Anforderungen an die Abscheidungsparameter

Die Badtemperatur wird bei der Standardtemperatur für Nickelsulfamatbäder bei 50 °C gehalten. Eine Variation von 5 °C ist möglich.

Der pH-Wert hat einen relativ großen Einfluss auf die inneren Spannungen des Niederschlages und ist deshalb mit einer maximalen Abweichung von pH 0,2 zum Sollwert zu halten. Dazu ist eine automatisierte Messung und Nachdosierung von Amidoschwefelsäure vorteilhaft.

Die Stromdichte wird durch den Potentiostaten mit einer Genauigkeit $< 1\%$ vorgegeben. Durch den Einsatz von Puls-Plating kann die Stromdichte und damit die Abscheidungs geschwindigkeit, bei der eine hermetisch dichte Schicht erzielt wird, verfünffacht werden. Die benötigte Pulsfrequenz liegt bei 500 Hz und das Puls-Pausen-Verhältnis bei 10 %, so dass der Potentiostat eine Stromdichte beim Impuls von mindestens 500 mA/cm² liefern muss.

Anforderungen an die Messtechnik

Die Messtechnik gliedert sich in drei Teilbereiche:

- chemische Eingangswerte,
- physikalische Eingangswerte,
- Ausgangswerte der abgeschiedenen Schicht.

Wegen der Veränderungen im Prozessmodell während des Betriebs des Bades kann durch Messung der Eingangswerte nicht mit ausreichender Genauigkeit auf die Ausgangswerte geschlossen werden, so dass die Eigenschaften des Nickelniederschlags regelmäßig in Testmessungen bestimmt werden müssen.

Die Bestimmung der Badzusammensetzung ist bei den Hauptkomponenten durch Titration möglich. Die Messergebnisse sind jedoch relativ ungenau, mit Messfehlern bis 10 % ist zu rechnen. Die Bestimmung von Nebenreaktionsprodukten und Verunreinigungen ist zu aufwändig und wird deshalb nicht durchgeführt.

Der pH-Wert sollte mit einer Genauigkeit von pH 0,1 bestimmt werden.

Die physikalischen Eingangswerte wie Badtemperatur, Stromdichte, Anströmung der Kathode und Kathodenbewegung können im Gegensatz zu den chemischen Eingangsgrößen relativ genau, mit Messfehlern kleiner als 1 % bestimmt und permanent überwacht werden.

Die wichtigsten Ausgangswerte der galvanisch abgeschiedenen Schicht sind Hermetizität und innere Spannungen sowie der Elastizitätsmodul. Durch die vorgestellten Verfahren ist eine

Messung dieser Größen unter den gleichen Abscheidungsbedingungen wie bei der Herstellung der Trennmembranen möglich. Zu Beginn jeder Abscheidung ist deshalb die Größe der Eigenspannungen zu messen und gegebenenfalls über die Stromdichte einzustellen. Sobald sich die Schichtdicke an der Hermetizitätsgrenze bewegt muss untersucht werden, ob mit den eingestellten Parametern noch eine hermetische Schicht erzeugt werden kann.

Durch Messung der Eingangs- und Ausgangswerte während der Betriebszeit des Bades kann ein Prozessmodell mit den wichtigsten Einflussgrößen immer wieder mit neuen Koeffizienten versehen werden.

Voraussetzung zur galvanischen Abscheidung von Trennmembranen

Für die galvanotechnische Fertigung von Trennmembranen aus Nickelsulfamatelektrolyten müssen zum Erzielen reproduzierbarer Ergebnisse die in Tabelle 6.10 zusammengefassten Kenngrößen eingehalten werden.

Tabelle 6.10: Kenngrößen der galvanischen Abscheidung zur Fertigung von Trennmembranen

Kenngröße	Wert
Galvanikanlage	
Strömungsgeschwindigkeit des Bades	min. 1 l/min
Kathodenbewegung	min. 0,27 m/s
Filtration	kleiner 1 µm
Badzusammensetzung	
Nickelsulfamat	200 bis 250 g/l
Nickelchlorid	max. 5 g/l
Borsäure	min. 35 g/l
Anodenmaterial	depolarisiertes Nickel
Abscheidungsparameter	
Temperatur	50 °C
pH-Wert	3,8
Stromdichte bei Start der Abscheidung (Hermetizität)	10 mA/cm ²
Stromdichte zum Ende der Abscheidung (innere Spannungen)	100 bis 200 mA/cm ²
Puls-Pausen-Verhältnis	10 %
Pulsfrequenz	500 Hz
erzielte Schichteigenschaften	
Eigenspannungen	60 bis 120 MPa
Elastizitätsmodul	140 bis 180 GPa

7 Messtechnische Verifizierung des Entwurfs angepasster Trennmembranen

Die Ergebnisse des Entwurfs von Trennmembranen werden in zwei Schritten durch den Aufbau von Mustern messtechnisch untersucht.

Im ersten Schritt wird die Berechnung des Verhaltens von Trennmembranen an ausgewählten Mustern mit Messergebnissen verglichen. Die Messergebnisse stammen aus verschiedenen Musterbauserien, die sich durch Membranform und Fertigungstechnik unterscheiden. Auf die Störeinflüsse, die durch den Herstellungsprozess in die Membran eingetragen werden, wird gesondert eingegangen und Möglichkeiten zur Reduzierung der Störeinflüsse werden aufgezeigt. Im zweiten Schritt werden die Messergebnisse miniaturisierter Drucksensoren aus dem Verbundprojekt MATCHDRUCK gezeigt [Woh05]. Eine umfassende Darstellung des in dem Verbundprojekt entwickelten Messumformers erfolgt in Kapitel 8. Der Entwurf des Sensorgehäuses erfolgt mit Hilfe des statischen Modells ölgefüllter Drucksensoren, die Trennmembran wird durch Galvanoformung gefertigt.

Anhand der Messergebnisse wird das Modell ölgefüllter Drucksensoren validiert.

7.1 Verifizierung der Modellbildung und des Entwurfs von Trennmembranen

Zur Verifizierung des mit Hilfe numerischer Ansätze berechneten Membranverhaltens werden verschiedene Muster aufgebaut. Tabelle 7.1 gibt einen Überblick über die aufgebauten Muster und das jeweilige Ziel der Untersuchung an. Die verwendeten Trennmembranen werden in einem Galvanoformprozess gefertigt. Für Untersuchungen, die eine Membran ohne Vorspannung beschreiben, wird die Trennmembran vom Substratmaterial gelöst und auf einen angepassten Träger durch Kleben gefügt. Für Untersuchungen der vorgespannten Trennmembran erfolgt der galvanische Herstellungsprozess durch haftende und nichthaftende Abscheidung auf einen Membranträger aus Edelstahl.

Tabelle 7.1: Überblick über die aufgebauten Muster zur Verifizierung des Membranenwurfs

Eigenschaften der Membran	Vergleich des Musters mit	verglichener Wert	Erwartete Aussage
flache Membran ohne Vorspannungen	analytischer Berechnung	Mittelpunktauslenkung	Einfluss von Störungen durch den Herstellungsprozess
flache, konische Membran	analytischer Berechnung	Mittelpunktauslenkung	Verifizierung der analytischen Gleichung für den „Knackfroscheffekt“
gewellte Membran ohne Vorspannungen	analytischer Berechnung, numerische Simulation	Schluckvolumen, akustische Nachgiebigkeit	Gültigkeit von Berechnung und Simulation für Trennmembranen mit kleinen Wellen
gewellte Membran mit Vorspannung	analytischer Berechnung	Schluckvolumen, akustische Nachgiebigkeit	Gültigkeit der Berechnung für galvanisch abgeschiedene Trennmembranen

7.1.1 Messplatz zur Bestimmung des Membranverhaltens

Zur Bestimmung des Übertragungsverhaltens von Trennmembranen in Form der akustischen Nachgiebigkeit muss ihre druckabhängige Auslenkung ortsbezogen vermessen werden. Für diese Messungen wurde im Verbundprojekt MATCHDRUCK ein spezieller Messplatz entwickelt. Abbildung 7.1 zeigt seinen schematischen Aufbau [Pem05].

Durch den Lasertriangulator wird die Membranfläche abgetastet und an definierten Punkten, die durch die X-Y-Linearachsen gezielt angefahren werden, Messpunkte aufgenommen, so dass ein Linienscan der Trennmembran entsteht. Durch die Druckquelle kann die Trennmembran gezielt ausgelenkt werden. Bei der Auswertung wird die Auslenkung auf die erste Messung der Membran in druckloser Lage bezogen. Das Schluckvolumen unter der Membran wird durch Verrechnung mit einem Halbkreisbogen für jeden Messpunkt ermittelt.

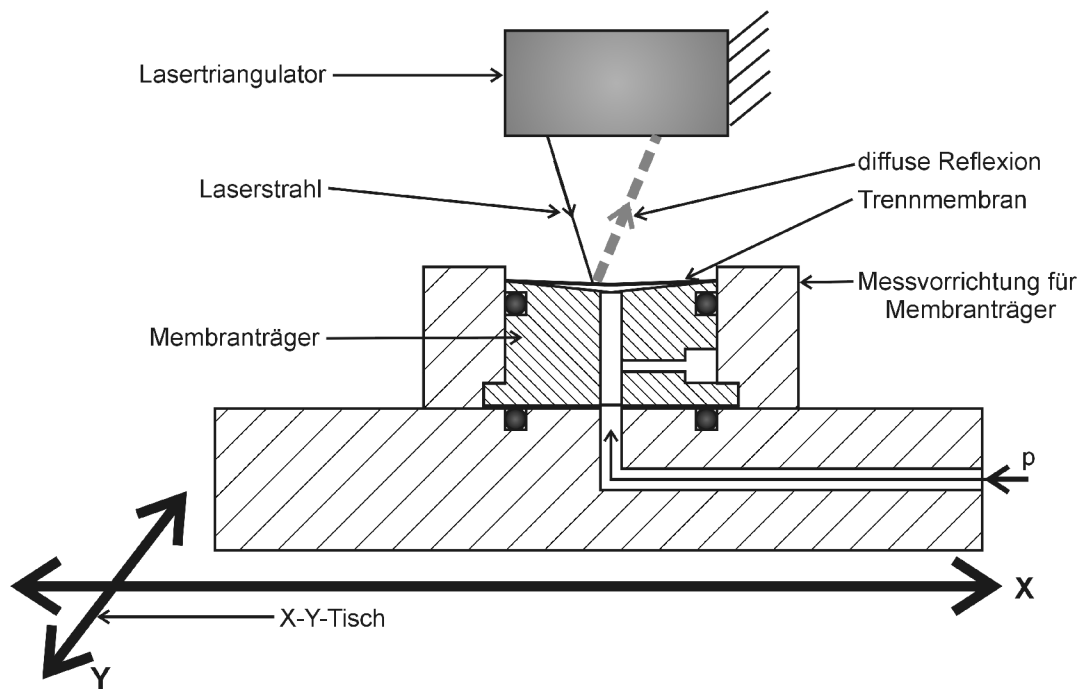


Abbildung 7.1: Lasertriangulatoremessplatz zur Membranvermessung

Abbildung 7.2 zeigt das Ergebnis der Linienscans und die daraus ermittelten Kennwerte.

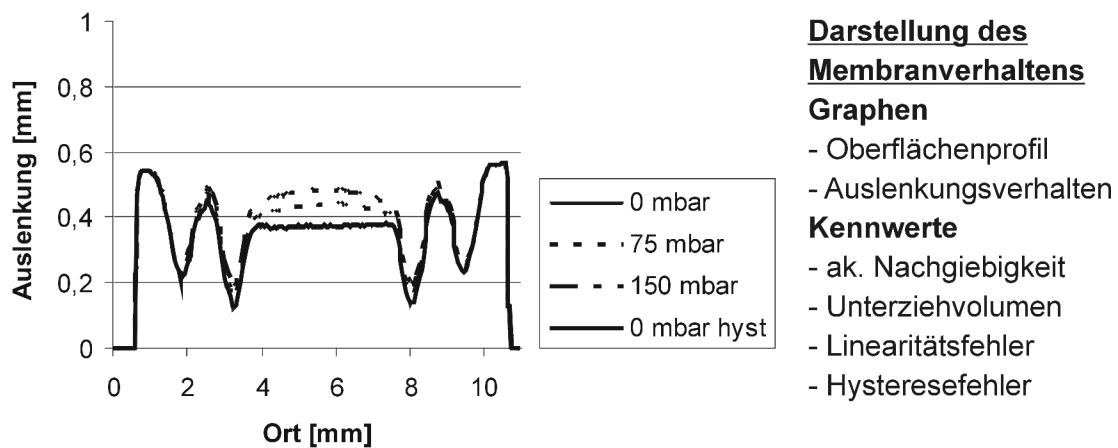


Abbildung 7.2: Ergebnisse der Membranvermessung mit dem Triangulatoremessplatz

Die akustische Membrannachgiebigkeit wird in $\mu\text{l}/\text{bar}$ angegeben. Der Linearitätsfehler ist nach der Festpunkteinstellung bestimmt. Der Hysteresefehler wird durch eine zweite Messung in drucklosem Zustand bestimmt und auf die Membrannachgiebigkeit bezogen.

Die Messunsicherheit des Messplatzes liegt bei 0,25%.

7.1.2 Untersuchung flacher Trennmembranen

Die flache Trennmembran wird aus Nickel auf eine verlorene Form aus Aluminium galvanisch abgeschieden. Vorteil dieses Verfahrens ist eine spannungsfreie Fertigung der Trennmembran. Beim Auflösen der Form wirken keine Kräfte auf die Membran ein. Zum Vermessen wird die Membran mit einem Cyanacrylat-Klebstoff auf einem Träger montiert. Abbildung 7.3 zeigt das Auslenkungsverhalten und die Kennwerte der flachen Membran.

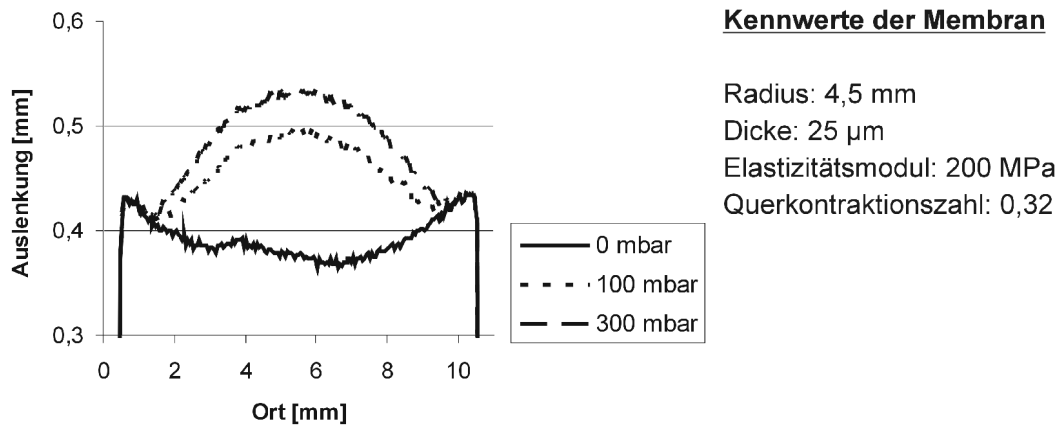


Abbildung 7.3: Auslenkungsverhalten und Kennwerte der flachen Membran

Das Hystereseverhalten wird nicht erfasst. Betrachtet wird das Verhalten der Auslenkung des Membranmittelpunkts gegenüber den berechneten Werten. Als Grundlage für die analytische Rechnung dient der Ansatz nach FEODOSEV aus Tabelle 4.4. Abbildung 5.6 zeigt die Messwerte im Vergleich zu den berechneten Werten.

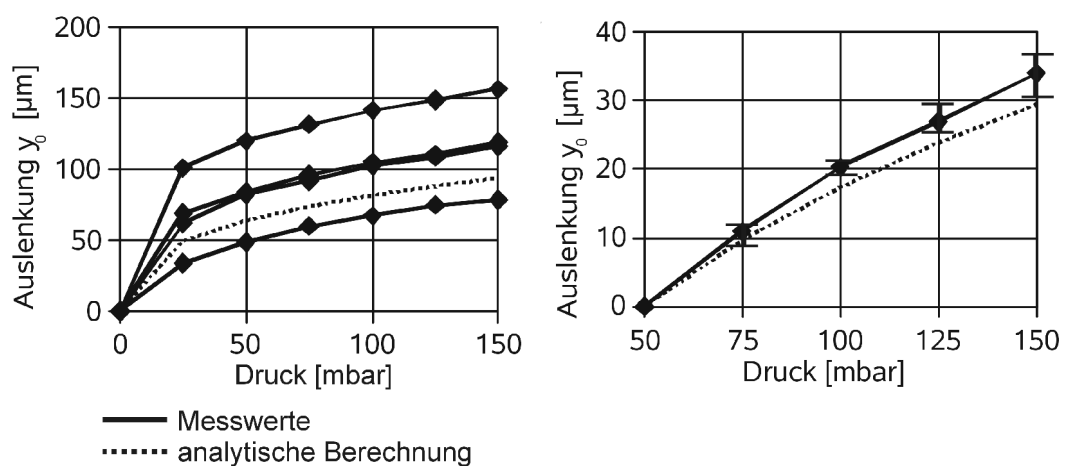


Abbildung 7.4: Auslenkungsverhalten flacher Membranen

Auffällig sind die großen Abweichungen im niedrigen Druckbereich bis 50 mbar der 4 vermessenen Membranen in der linken Abbildung. Sie werden durch Vorspannungen, die bei der Handhabung und Montage der Membranen eingetragen, werden hervorgerufen. Durch die geringe Eigensteifigkeit sind flache Membranen besonders empfindlich für diese Störungen.

Für den Bereich über 50 mbar verringert sich die Streuung der Membranauslenkung auf 5,5 %. Die Abweichung zu den berechneten Werten weist einen relativer Fehler von 12 % auf. Im rechten Teil der Abbildung ist das Messergebnis mit seiner Streuung dargestellt.

Die Messung der flachen Trennmembran verdeutlicht die Auswirkung von fertigungstechnisch bedingten Störungen auf das Membranverhalten. Störeffekte haben bei niedrigen Drücken und geringen Auslenkungen, wie sie bei Trennmembranen auftreten, größeren Einfluss als der Nutzeffekt, so dass das Membranverhalten nur bedingt vorausberechnet werden kann. Im Sensorsystem ist dies eine Quelle zufälliger Fehler.

7.1.3 Untersuchung konischer Trennmembranen

Bei konischen Trennmembranen tritt der schwer vorauszuberechnende „Knackfroscheffekt“ auf. Durch den Sprung kommt es zu einer großen Auslenkung der Membran, für dessen Berechnung das analytische Modell nur bedingt geeignet ist. Der Aufbau der Muster erfolgt nach demselben Verfahren wie bei den flachen Trennmembranen. Abbildung 7.5 zeigt das Auslenkungsverhalten und die Kennwerte der konischen Membran.

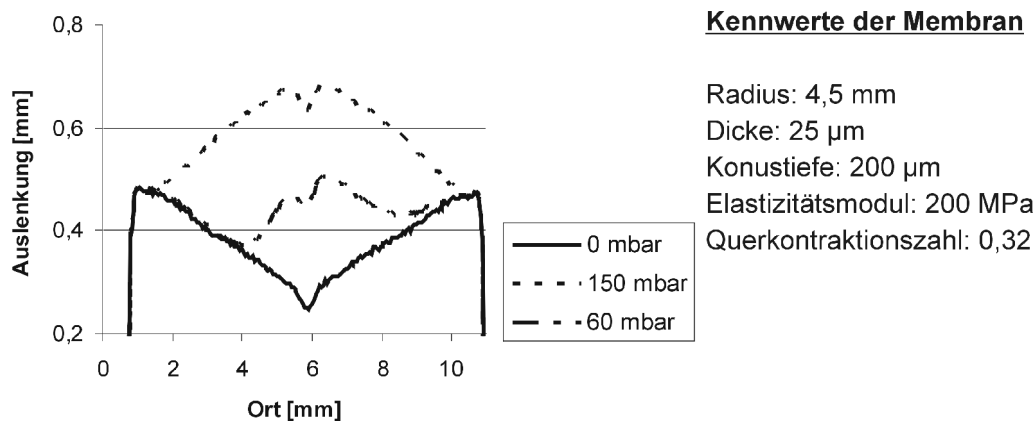


Abbildung 7.5: Auslenkungsverhalten und Kennwerte der konischen Membran

Abbildung 7.6 zeigt den Vergleich zwischen Messwerten und dem berechneten Verhalten. Die Grundlage der analytischen Berechnung bildet Gleichung (4.13).

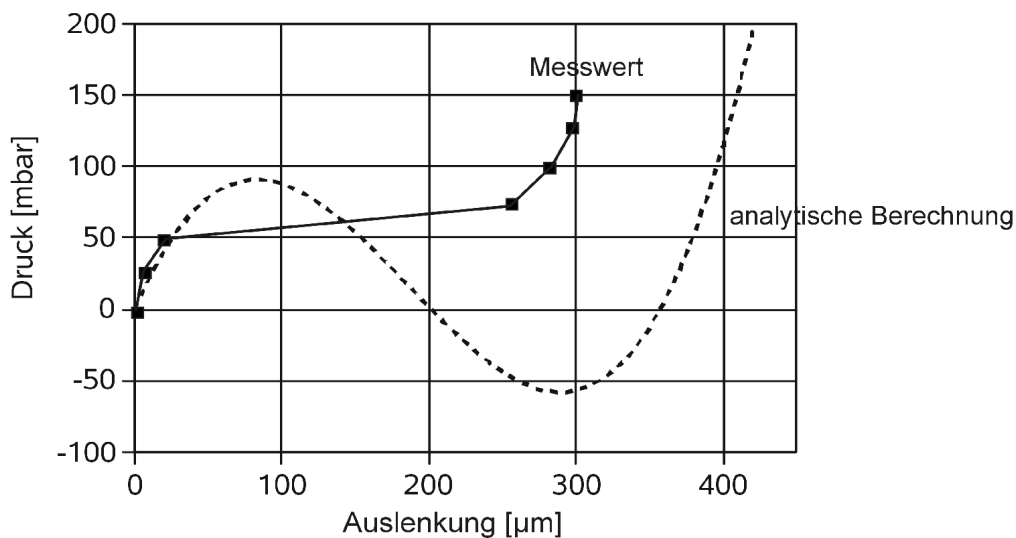


Abbildung 7.6: Auslenkungsverhalten konischer Membranen

Im Anfangsbereich bis 50 mbar ist eine gute Übereinstimmung vorhanden. Der Sprung der Membran vollzieht sich bei einem niedrigeren Druck als analytisch berechnet. Durch kleine fertigungstechnisch bedingte Unregelmäßigkeiten wird das Durchbiegen der Membran begünstigt. Der Sprung vollzieht sich nicht vollflächig, sondern beginnt lokal an einer Stelle, wie Abbildung 7.1 zeigt. Nach dem Sprung erfolgt die Auslenkung der Trennmembran weniger weit als erwartet. Grund hierfür ist, dass bei Auslenkungen dieser Größenordnungen die für das Rechenmodell getroffene Annahme des linearen Materialverhaltens nicht mehr eingehalten wird. Der „Knackfroscheffekt“ ist bei Trennmembranen von Drucksensoren unerwünscht. Durch die Messungen wird jedoch die Aussagekraft seiner Berechnung mit analytischen Gleichungen bestätigt. Somit ist es möglich, im Entwurfsprozess das Hystereseverhalten von Trennmembranen zu berechnen und die Membrangeometrie so zu gestalten, dass keine Hysterese auftritt.

7.1.4 Untersuchung optimierter Trennmembranen

Zur Überprüfung des Verhaltens von Trennmembranen, deren geometrische Abmessungen sich im Bereich der optimierten Trennmembranen befinden, wird eine Baureihe von Trennmembranen ohne Vorspannung untersucht. Um eine reproduzierbare Maßhaltigkeit bei den Aluminiumformen zu erhalten, wird die Wellenhöhe auf 50 µm festgelegt. Damit liegt sie über der Wellenhöhe der optimierten Membran von 18 µm aus Abbildung 5.6, aber in derselben Größenordnung. Abbildung 7.7 zeigt das Auslenkungsverhalten und die Kennwerte der optimierten Membran.

Die Streuung der einzelnen Messwerte der 8 Muster um den Mittelwert beträgt 9 %.

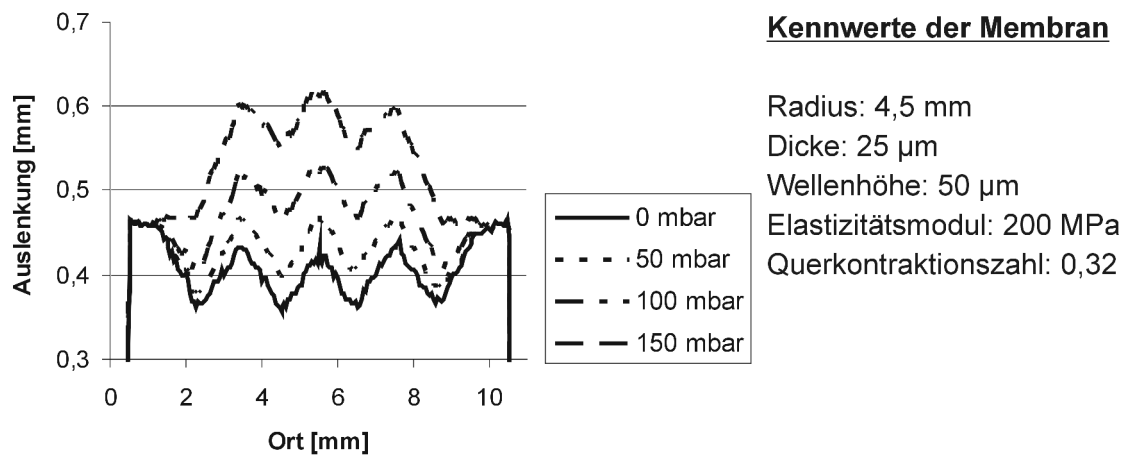


Abbildung 7.7: Auslenkungsverhalten und Kennwerte der optimierten Trennmembran

Die analytische Berechnung des Membranverhaltens erfolgt auf Basis der Gleichung (4.13) von ANDREEVA und FEODOSEV. Die Simulation erfolgt mit der FEM-Programm „Ansys“ und nutzt das in Abschnitt 5.3.1 aufgestellte Modell.

Abbildung 7.8 zeigt das druckabhängige Schluckvolumen und die relative Abweichung der analytisch berechneten und numerisch simulierten Werte von den Messwerten.

Berechnung, Simulation und Messergebnis zeigen eine gute Übereinstimmung. In Tabelle 7.2 werden die berechneten, simulierten und gemessenen Kennwerte des Übertragungsverhaltens gegenübergestellt.

Tabelle 7.2: Vergleich berechneter, simulierter und gemessener Kennwerte der optimierten Trennmembran

Kennwert	analytische Berechnung	numerische Simulation	Messwert
akustische Nachgiebigkeit N_a [µl/bar]	22,35	21,31	21,07
Linearitätsfehler [%]	7,56	- 8,18	- 6,87

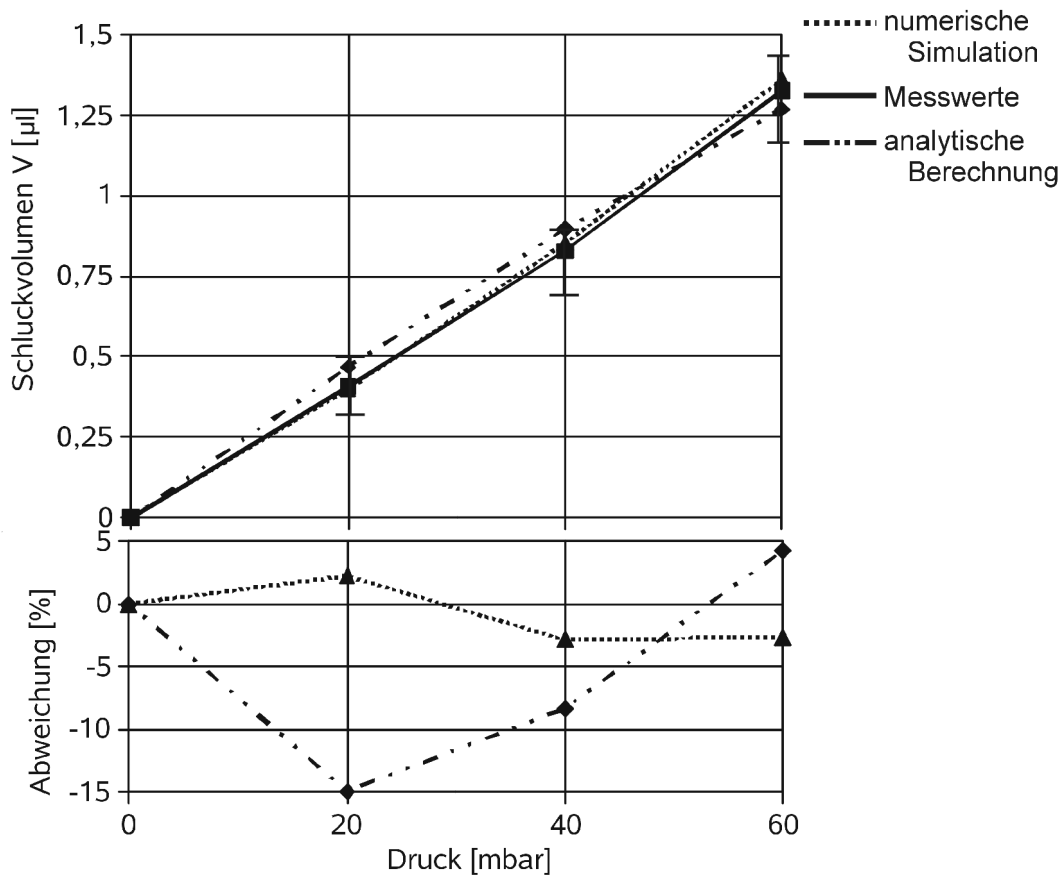


Abbildung 7.8: Verhalten optimierter Trennmembranen

Die bereits in Abbildung 7.8 gezeigte gute Übereinstimmung zwischen den berechneten Werten und den Messwerten wird bestätigt. Durch die numerische Simulation wird gezeigt, dass die Abweichung des Linearitätsfehlers zwischen analytisch berechnetem Wert und Messwert nicht auf fertigungstechnische Störeinflüsse zurückzuführen ist.

Gegenüber den flachen Membranen, deren Messergebnisse in Abbildung 7.4 dargestellt sind, wird deutlich, wie stark sich bereits eine geringe Wellung von 50 µm, die der doppelten Membrandicke entspricht, auf die Reproduzierbarkeit des Membranverhaltens auswirkt. Der Einfluss der Fertigungstoleranzen und der durch die Montage eingetragenen störenden Verspannungen in der Membran auf das Übertragungsverhalten ist auf eine Streuung von maximal 9 % reduziert.

Berechnung, Simulation und Messergebnis zeigen eine gute Übereinstimmung. In Tabelle 7.3 werden die berechneten, simulierten und gemessenen Kennwerte des Übertragungsverhaltens gegenübergestellt.

Tabelle 7.3: Vergleich berechneter, simulierter und gemessener Kennwerte der optimierten Trennmembran

Kennwert	analytische Berechnung	numerische Simulation	Messwert
akustische Nachgiebigkeit N_a [$\mu\text{l}/\text{bar}$]	22,35	21,31	21,07
Linearitätsfehler [%]	7,56	- 8,18	- 6,87

7.1.5 Untersuchung galvanogeformter Trennmembranen

Das Verhalten galvanogeformter Trennmembranen wird anhand der im Verbundprojekt MATCHDRUCK verwendeten Trennmembranen untersucht. Die Membran aus Nickel wird mit dem in Abschnitt 8.2.3 beschriebenen Galvanoformverfahren direkt auf dem Membranträger aus Edelstahl abgeschieden. Abbildung 7.9 zeigt das Auslenkungsverhalten und die Kennwerte der galvanisch abgeschiedenen Membran.

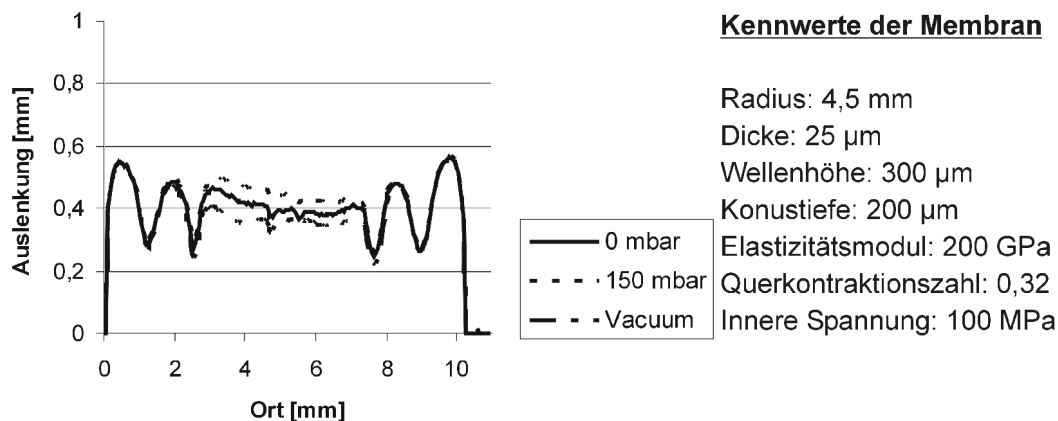


Abbildung 7.9: Auslenkungsverhalten und Kennwerte der galvanogeformten Membran

Die Membran wird auf ihre akustische Nachgiebigkeit und ihr Abheben vom Membranbett hin untersucht.

Untersuchung der akustischen Nachgiebigkeit

Unter Verwendung von Gleichung 4.13 wird die akustische Nachgiebigkeit der Trennmembran bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 7.8 zusammengefasst.

Tabelle 7.4: Berechnetes Verhalten der galvanogeformten Trennmembran

Druck [mbar]	0	25	50	75	100	125	150
Schluckvolumen [μl]	0	0,22	0,43	0,66	0,88	1,10	1,33
akustische Nachgiebigkeit [$\mu\text{l}/\text{bar}$]	8,87						
Linearitätsfehler [%]	-1,42						

Aufgrund der Wellenhöhe von 300 μm ist die Nachgiebigkeit der Trennmembran mit 8,87 $\mu\text{l}/\text{bar}$ gegenüber der optimierten Trennmembran aus Abbildung 5.6 relativ gering. Durch Anpassung der Wellenhöhe auf 14 μm lässt sich die Nachgiebigkeit auf 23,5 $\mu\text{l}/\text{bar}$ erhöhen, wie in Abbildung 5.6 dargestellt. Der Linearitätsfehler wird durch die große Wellenhöhe von 300 μm auf -1,42 % reduziert. Im Vergleich dazu liegt der Linearitätsfehler der Membran mit optimierter Nachgiebigkeit aus Abbildung 5.6 bei 6,8 %.

Abbildung 7.10 bestätigt das Verhalten des berechneten Membranverhaltens gegenüber den Messwerten.

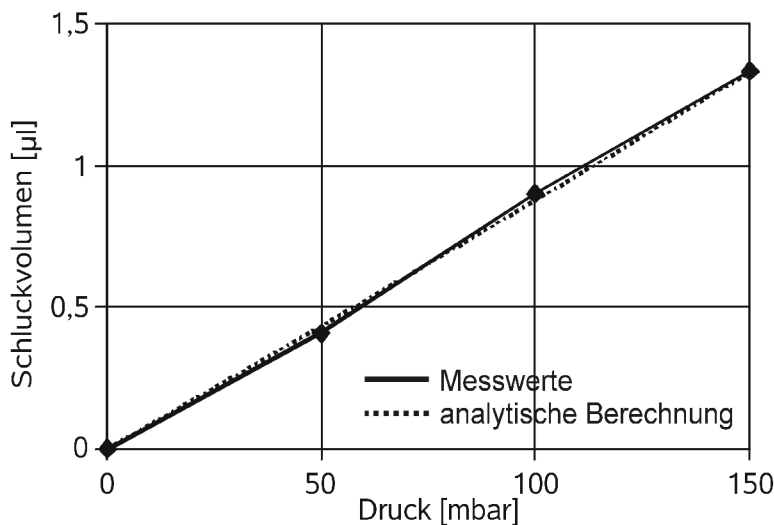


Abbildung 7.10: Verhalten der galvanogeformten Trennmembran

Die Abweichung des Mittelwertes der 10 vermessenen Membranen weist eine mittlere Abweichung von 1 % gegenüber den berechneten Werten auf. Der berechnete Linearitätsfehler von -1,42 % stimmt mit dem gemessenen von -1,72 % ebenfalls gut überein. Das sehr lineare Auslenkungsverhalten ist in der Vorspannung der Membran und der großen Wellenhöhe begründet. Die Steuerung der Messwerte nimmt mit zunehmender Druckbeaufschlagung der Membran ab. Sie reduziert sich von 27,5 % bei 50 mbar auf 18,9 % bei 150 mbar. Grund für dieses Verhalten ist, dass der Einfluss des Drucks auf das Membranverhalten gegenüber den in der Herstellung eingebrachten Störungen zunimmt.

Abheben der Membran vom Membranbett

Der Abstand der Membran vom Membranbett ist von den inneren Spannungen der Membran, die bei der galvanischen Abscheidung gezielt eingebracht werden, von der Konustiefe und von der Wellenhöhe abhängig. Diese Zusammenhänge werden ausführlich in Abschnitt 6.2 beschrieben. Bei einer inneren Spannung durch die galvanische Abscheidung von 100 MPa und der vorliegenden Geometrie wird eine Abhebung von 11 μm erreicht, so dass das Volumen zwi-

schen Membran und Membranträger 0,24 μl entspricht. Die geringe Auslenkung ist in der in Bezug zur Membrandicke von 25 μm relativ großen Wellenhöhe von 300 μm begründet und ist für einen Einsatz des Sensors bei Temperaturen von -25 °C nicht ausreichend.

In der Messung wird ein durchschnittliches Volumen zwischen Membran und Membranbett von 2,53 μl gemessen, das etwa dem 10-fachen des berechneten Wertes entspricht. Die Ursache für diese deutliche Abweichung liegt im Herstellungsprozess der galvanogeformten Membranen, der in Abschnitt 8.2.3 beschrieben ist. Durch eine zu große Krafteinwirkung beim Ablösen des nichthaftenden Bereichs der Membran vom Membranbett kommt es zu einer plastischen Verformung, durch die die Lage im druckfreien Zustand maßgeblich bestimmt wird.

Durch die Wellen der Membran werden diese Störungen so weit wieder abgefangen, dass sich im Auslenkungsverhalten eine hervorragende Übereinstimmung zwischen den berechneten und den gemessenen Werten zeigt.

7.1.6 Untersuchung der maximalen Auslenkung von Trennmembranen

In einer Versuchsreihe wird die Grenze der maximalen Auslenkung der galvanisch abgeschiedenen Membran gesucht. Die Membran wird mit zunehmendem Druck belastet. Nach jedem Druckschritt wird der Hysteresefehler gemessen. Abbildung 7.11 zeigt das Messergebnis.

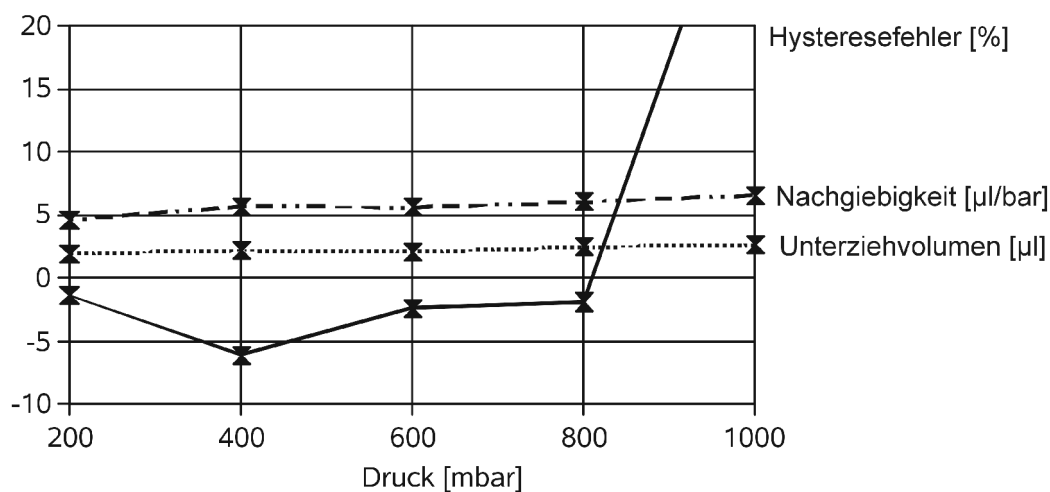


Abbildung 7.11: Messergebnis des Überdehnungsverhaltens einer Trennmembran

Bis zu einem Druck von 800 mbar ist der Hysteresefehler konstant und steigt dann bei 1.000 mbar signifikant an. Dies ist das Zeichen der plastischen Verformung der Membran durch eine Überstreckung.

7.2 Validierung des Modells zum Entwurf ölgefüllter Drucksensoren

Nach der Diskussion der Messwerte der Trennmembranen wird im Folgenden das Verhalten des ölgefüllten Systems von mediengetrennten Drucksensoren beschrieben. Auf Basis von 11 Mustern, die im Rahmen des Verbundprojekts MATCHDRUCK, das in Kapitel 8 beschrieben wird, aufgebaut wurden, wird das in Kapitel 3 beschriebene Modell validiert. Dabei handelt es sich um Relativdrucksensoren mit einem Nenndruck p_N von 100 mbar.

7.2.1 Berechnung des Verhaltens miniaturisierter Drucksensoren

Auf Grundlage des in Abschnitt 3.1 entwickelten Modells für ölgefüllte Drucksensoren wird aus den geometrischen Abmessungen und Materialkennwerten der Baumuster das Temperatur- und Messverhalten berechnet. Tabelle 7.5 zeigt die Daten, die in das Sensormodell eingespeist werden. Dabei wird zwischen Chargenwerten, die für alle betrachteten Sensoren im Mittel gleich sind, und spezifischen Werten unterschieden, die für jeden Drucksensor einzeln messtechnisch ermittelt wurden.

Tabelle 7.5: Chargenwerte und spezifische Werte der untersuchten Drucksensoren

Chargenwerte		spezifische Werte	Mittelwert
Ölvolumen in der Keramik	17,8 μl	Unterziehvolumen	2,2 μl
Ölvol. im Membranträger	4,4 μl	Ölvolumen durch Fehlbefüllung	0,64 μl
Volumen des Sensorelements	7,4 μl	Offsetspannung des Primärsensors	- 18,9 mV
Klebung des Sensorelements	0,9 μl	Übertragungsfaktor des Primärsensors	97,5 mV/V bar
		Nachgiebigkeit der Membran	6,9 $\mu\text{l}/\text{bar}$

Aus den Werten der Gehäusevolumina und der materialspezifischen volumenbezogenen Temperatureausdehnungskoeffizienten wird gemäß Abbildung 3.2 die temperaturbedingte Volumenänderung berechnet. Der Anteil des Silikonöls ist mit 92 % maßgeblich. Bei einem Temperaturanstieg um 65 K beträgt der Volumenzuwachs 1,02 μl . Aufgrund der akustischen Nachgiebigkeit der Trennmembran baut sich ein Druck im Gehäuse von 148 mbar auf. Neben dem Ölvolu-
men im Sensorgehäuse, das für alle Muster als gleich angenommen wird, werden darüber hinaus noch spezifische Werte hinzugezogen. Dies ist das Unterziehvolumen zwischen Membranbett und Trennmembran, das bei der Vermessung der Membran ermittelt wird, und das Ölvolu-

men der Fehlbefüllung, die sich aus dem Anstieg der Offsetspannung des gefüllten Gehäuses gegenüber dem Primärsensor über den Übertragungsfaktor berechnen lässt.

Die Temperaturabhängigkeit der Offsetspannung wird durch den Temperaturkoeffizienten α_0 beschrieben. Aus Gleichung 3.2 und Tabelle 3.1 berechnet er sich zu

$$\alpha_0 = \frac{\alpha_{Med} V_{Med}}{N_a p_N} \quad (7.1)$$

Der Einfluss des mediengetrennten Sensorgehäuses auf den Übertragungsfaktor ist nach Tabelle 3.1 bei einem Nenndruckbereich von 100 mbar zu vernachlässigen und liegt bei 0,01 %.

7.2.2 Validierung des Sensormodells anhand von Messwerten

Die Validierung des Sensormodells erfolgt anhand der Messwerte. Das verwendete Messprogramm ist aus [Kuh01] übernommen und in Anhang D beschrieben. Es beinhaltet eine Konditionierung der Drucksensoren, um bei der Herstellung eingebrachte mechanische Spannungen abzubauen. Das thermische Einschwingverhalten wird berücksichtigt. Durch mehrfache Messung wird der Messwert ermittelt. Ausreißende Messwerte, die in den meisten Fällen durch Übertragungs- und Datenfehler entstehen, werden ausgefiltert.

Abbildung 7.12 zeigt den Temperaturkoeffizienten der Offsetspannung. Rechenwert und Messwert werden einander gegenübergestellt.

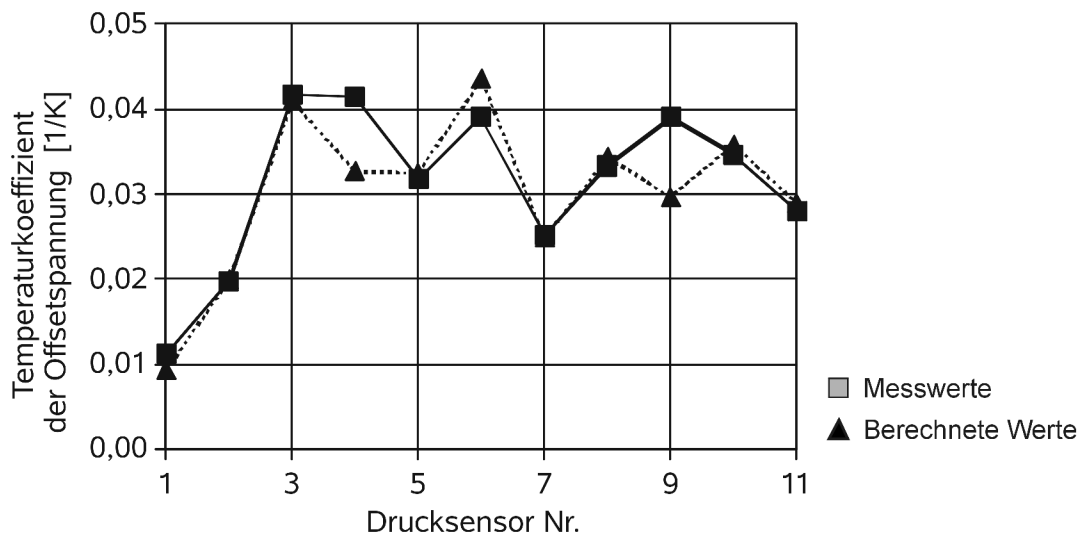


Abbildung 7.12: Temperaturkoeffizienten der Offsetspannung

Die Übereinstimmung der vorausberechneten Werte mit den Messwerten liegt im Mittel bei -0,54 % mit einer Streuung von 9,1 %. Die Abweichungen sind durch die fertigungstechnischen Toleranzen des Sensorgehäuses und Messelements begründet. Insbesondere bei minia-

turisierten Drucksensoren ist durch die Reduzierung des Ölvolumens die Auswirkung der Fertigungstoleranzen besonders groß.

Beim Übertragungsfaktor wird durch das Rechenmodell keine nachweisbare Veränderung zwischen unbefülltem und befülltem Zustand der Drucksensoren erwartet. Der Übertragungsfaktor sinkt allerdings bei den Messungen der Musterbauserie von durchschnittlich 98,7 mV/V bar auf 96,7 mV/V bar um 2,14 % ab.

Dieses Verhalten ist in der Fehlbefüllung der Drucksensoren mit zu viel Öl begründet. Durch den Druckanstieg im Sensorgehäuse verschiebt sich der Arbeitspunkt der piezoresistiven Widerstände in der Druckmessplatte. Dieser Sachverhalt wird durch die Betrachtung des auf den Mittelwert normierten Anstiegs der Offsetspannung der befüllten Drucksensoren und der auf den Mittelwert normierten Veränderung des Übertragungsfaktors deutlich. Abbildung 7.13 zeigt die Abhängigkeit dieser beiden Werte.

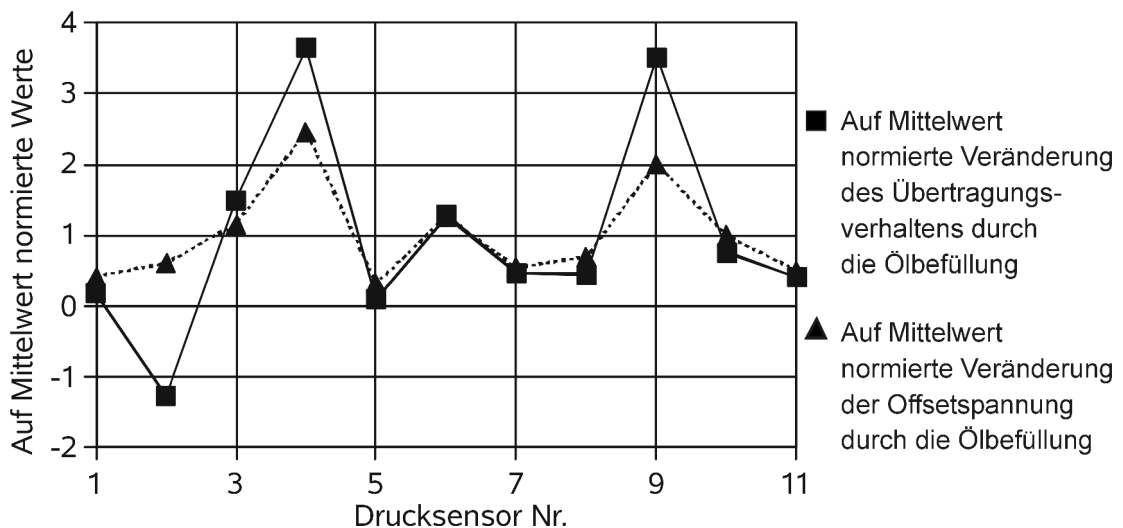


Abbildung 7.13: Normierte Veränderung des Übertragungsfaktors und der Offsetspannung

Das Bestimmtheitsmaß der Korrelation liegt bei 0,84. Diese Betrachtung weist nach, dass die Reduzierung des Übertragungsfaktors nicht direkt in der Ölfüllung des Sensors begründet ist, sondern in der Fehlbefüllung der Messzellen. Damit wird kein Widerspruch zum Modell des flüssigkeitsbefüllten Drucksensors hervorgerufen.

7.2.3 Messergebnisse mit Signalverarbeitungsbaustein

Wie in Kapitel 8.2.5 beschrieben, ist in das Gehäuse der Drucksensoren der Signalwandlerbaustein ZMD 3120 integriert. Über die im Sensorelement integrierte Diode zur Temperaturmessung oder einen internen Temperatursensor ermöglicht er die Berücksichtigung dieser Störgröße bei der Aufbereitung des Sensorsignals. Damit erfolgt die Korrektur der Temperaturkoeffizienten der Offsetspannung und des Übertragungsfaktors. Zusätzlich wird der Linearitätsfehler

im Übertragungsverhalten kompensiert. Die Temperaturkoeffizienten des korrigierten Sensorverhaltens werden nicht mehr angegeben. Alle Sensorfehler werden als Gesamtfehler angegeben. Abbildung 7.14 zeigt den Verlauf des reduzierten Sensorfehlers im Temperaturbereich.

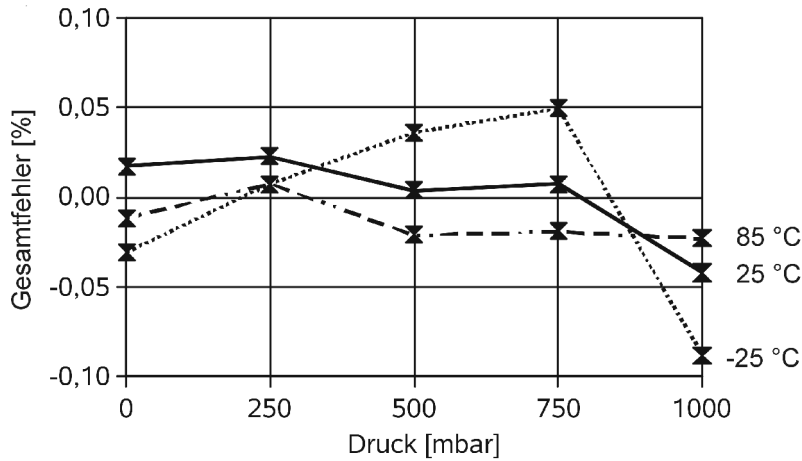


Abbildung 7.14: Gesamtfehler einer kompensierten ölgefüllten Messzelle

Der Drucksensor weist einen Gesamtfehler von 0,14 % im gesamten Temperaturbereich auf. Tabelle 7.6 zeigt den Vergleich des kompensierten Drucksensors gegenüber den unkompensierten Messzellen.

Tabelle 7.6: Reduktion der Messfehler durch den Signalwandlerbausteine

Messgröße	unkompensiert	kompensiert
Temperaturkoeffizient der Offsetspannung	0,031	-
Temperaturkoeffizient des Übertragungsfaktors	-0,0018	-
Linearitätsfehler	1,37 %	0,088 %
Hysteresefehler	1,36 %	0,13 %

Der Einsatz von Signalwandlerbausteinen ermöglicht eine deutliche Reduktion der Messfehler und eine Kompensation der Temperaturkoeffizienten. Das Gesamtsystem nähert sich in seinem Verhalten einer idealen offsetfreien Sensorkennlinie an.

8 Aufbau miniaturisierter Drucksensoren im Verbundprojekt MATCHDRUCK

Die Bestätigung des statischen Modells des Drucksensorgehäuses aus Kapitel 3 und 7, des Entwurfs und der Auslegung der Trennmembran aus Kapitel 4 und 5 sowie der Untersuchungen der Abscheidungen aus Nickelsulfamatelektrolyten aus Kapiteln 6 erfolgt im Rahmen des Musterbaus im Verbundprojekt MATCHDRUCK. Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der technologischen Entwicklung dieses Verbundprojekts zusammengefasst. Die neuartigen technologischen Lösungen, die bei den Komponenten des Sensorgehäuses zum Einsatz kommen, werden beschrieben. Die Umsetzung der in den vorherigen Kapiteln aufgestellten Modelle, Berechnungsgrundlagen und Untersuchungen in einem Prototypen wird beschrieben. Ziel des Verbundprojektes ist die Weiterentwicklung des Konzepts miniaturisierter mediengetrennter Drucksensoren, das in Kapitel 2.2 dargestellt wurde, bis hin zur Überführung in die industrielle Fertigung.

Nur durch eine hermetisch dichte Medientrennung ist ein langzeitstabiler Schutz von piezoresistiven Silizium-Messelementen vor aggressiven Umweltbedingungen möglich. Als Gehäusewerkstoffe kommen Metall und Keramik zum Einsatz. Die Konstruktion weist einen hohen Grad an Funktionsintegration auf. Bei der Fertigung werden konsequent Parallelprozesse genutzt [Oho01].

Durch Integration in den Systembaukasten Match-X wird eine Anpassung an unterschiedliche industrielle Anwendungsgebiete gewährleistet [VDM02]. Die Entwicklung, Realisierung und Erprobung der Drucksensoren wird entlang der Wertschöpfungskette demonstriert. Die Projektlaufzeit beträgt mit Verlängerung 3,5 Jahre [Blo02], [Thi06].

8.1 Organisation des Verbundprojekts

Im Rahmen des Verbundprojekts werden von Anfang an alle Mitglieder der Wertschöpfungskette, bestehend aus Komponentenhersteller, Systemhersteller und Systemanwender sowie Forschungsinstitute, mit eingebunden [Blo02].

Tabelle 8.1 fasst die am Projekt beteiligten Partner und ihre vorrangigen Entwicklungsaufgaben zusammen.

8 Aufbau miniaturisierter Drucksensoren im Verbundprojekt MATCHDRUCK

Tabelle 8.1: Projektpartner und deren Arbeitsschwerpunkte im Verbundprojekt MATCHDRUCK

<u>Projektpartner</u>	<u>Aufgabe im Projekt</u>
Anwender	
Festo AG Industriearomatisierung auf Basis druckluftbetriebener Antriebe	<ul style="list-style-type: none"> • Einbringen industrieller Anforderungen in die Anforderungsliste als Standard-Einsatzbereich • Unterstützung bei qualifizierenden Tests: EMV, Vibrationsbelastung
Liebherr Aerospace Lindenberg GmbH Fahrwerks-, Klima- und Kabinensysteme für die Luftfahrttechnik	<ul style="list-style-type: none"> • Einbringen luftfahrttechnischer Anforderungen in die Anforderungsliste als erweiterten Einsatzbereich • Unterstützung bei qualifizierenden Tests: Vibrationsbelastung, Temperaturverhalten
Komponentenzulieferer	
VIA electronic GmbH Entwicklung und Fertigung von LTC-Keramik-Komponenten	<ul style="list-style-type: none"> • Entwicklung eines Keramiksubstrats zur Aufnahme des Sensorelements bei gleichzeitiger Integration der Elektronik eines Signalwandlerbausteins
Sensorhersteller	
Aktiv Sensor GmbH Hersteller piezoresistiver Silizium-Drucksensoren in Form von Drucksensorelementen und nicht mediengetrennt gehäusten Drucksensoren und -transmittern	<ul style="list-style-type: none"> • Projektkoordination • Optimierung der Drucksensorelemente in Bezug auf ihre Messunsicherheit und Langzeitstabilität • Einbau der Drucksensorelemente in das Keramiksubstrat durch Chipkleben und Drahtbonden • Vermessung von Drucksensoren ohne und mit Signalwandlerbaustein
Forschungsinstitute	
Institut für Elektromechanische Konstruktionen (EMK), TU-Darmstadt Mess- und Sensortechnik mit dem Schwerpunkt der Druckmesstechnik mit piezoresistiver Technologie	<ul style="list-style-type: none"> • Auslegung des Sensorgehäuses und der Trennmembran bezüglich des statischen und dynamischen Verhaltens • Vervollkommnung des Entwurfs und der Fertigungstechnologie galvanogeformter Trennmembranen • Entwicklung eines Verfahrens zum Aufbau und zur Ölbefüllung der Drucksensoren • Vermessen der aufgebauten Drucksensoren
Fraunhofer Institut Produktionstechnik und Automatisierung (IPA), Stuttgart Fertigungsverfahren der Mikrosystemtechnik	<ul style="list-style-type: none"> • Anpassung des Drucksensors an das Baukastensystem Match-X • Aufbau und Test des Drucksensors zusammen mit ergänzenden Bausteinen

8.1.1 Anforderungen an die miniaturisierten Drucksensoren

Die wichtigsten Anforderungen an die miniaturisierten Drucksensoren sind als Auszug aus der Anforderungsliste in Tabelle 8.2 zusammengefasst.

Tabelle 8.2: Anforderungen an die Drucksensoren im Verbundprojekt MATCHDRUCK (in Auszügen)

Bereich		Wert
Messgrößen	Absolutdruck	Nenndruck p_N : 1 bar
	Relativdruck	p_N : 100 mbar, 1 bar, 25 bar
	Differenzdruck	p_N : 100 mbar, statischer Druck 16 bar
	Überdruck	2 x p_N
	Berstdruck	5 x p_N
Störgrößen	Temperatur	Arbeitstemperatur: -25 bis + 85 °C (-35 bis +125 °C)*
		Lagertemperatur: -55 bis 150 °C
	mechanisch	Schock: ½ Sinus, 30 g, 11 ms
	chemisch	ungereinigte Industrieluft (Wasser, Öle, Glykol)
	elektrisch	EMV DIN EN 61000
Messfehler	Messunsicherheit nach GUM	-25 bis 0 °C < 2 %
		0 bis 50 °C < 1 %
		50 bis 85 °C < 2 %
Langzeitverhalten	Stabilität	Abweichung des 0-Signals bei 5 Temperaturumläufen im Druckbereich < 0,2 %
	Lebensdauer	10 Mio. Druckzyklen
Schnittstellen	Druckeinleitung	O-Ring □ 10 mm
		Gewindeanschluss M6
	elektrisch	Brückenspeisung, Brückensignal
		Speisespannung des Signalwandlers 5 V Signalspannung des Signalwandlers: 0,5 bis 4,5 V
Geometrie	Abmessungen	Relativ- und Absolutdruck: 12,5x12,5x 8 mm Differenzdruck: 25 x 12,5x 14 mm
	Gewicht	< 25 g
* Luftfahrttechnische Anwendung		

8.1.2 Ablauf und Struktur des Verbundprojekts

Die Arbeitsabläufe im Verbundprojekt sind zeitlich durch drei Musterbauserien und inhaltlich durch die Zusammenarbeit der Projektpartner strukturiert.

Ziel der ersten Musterbauserie ist es, in den kritischen Fertigungsschritten der galvanischen Membranabscheidung und der Befüllung des Sensorgehäuses mit Silikonöl Erfahrungen zu sammeln und weitere Problemstellen zu finden. Auf die Integration eines Signalwandlerbausteins wird verzichtet, da das unkompensierte Brückensignal zur Identifikation von Störungs- einflüssen besser geeignet ist.

In der zweiten Musterbauserie wird das Sensorgehäuse den Spezifikationen des Systembauka- stens Match-X angepasst und das Schaltungslayout des Signalwandlerbausteins integriert. Der Prozessanschluss wird am Membranträger ergänzt und das Teil fertigungsgerecht gestaltet.

Auf Basis der in den ersten beiden Musterbauserien gewonnenen Erfahrungen erfolgt in der dritten Musterbauserie eine Optimierung in Richtung:

- Konstruktive Verbesserung der Chipklebung.
- Bauraumoptimierung des Schaltungslayouts, dass bei Einhaltung der Spezifikationen sowohl ein Betrieb als OEM-Zelle als auch mit Signalwandlerbaustein möglich ist.
- Verbesserung der Handhabung des Verschlusses des Sensorgehäuses bei der Ölfüllung.

Das Verhalten dieser Sensoren wird durch ein umfangreiches Messprogramm zum Druck- und Temperaturverhalten, zum dynamischen Verhalten und zur EMV- und Schwingungsfestigkeit erfasst.

Am Institut für Elektromechanische Konstruktionen ist die Arbeit am Verbundprojekt MATCHDRUCK auf zwei Mitarbeiter aufgeteilt [Sin07]. Ihre Forschungsergebnisse sind in je- weils einer Dissertationsschrift zusammengefasst. Tabelle 8.3 zeigt die Verteilung der Entwick- lungsaufgaben.

Tabelle 8.3: Arbeitsteilung im Verbundprojekt MATCHDRUCK am Institut für EMK

Stefan Sindlinger	Christian Wohlgemuth
Aufstellen eines statischen Sensormodells	
Aufstellen eines dynamischen Sensormodells	
	Auslegung der Trennmembran
	Entwurf des Membranträgers
	Fertigung der Trennmembran
	Vermessung der Trennmembran
	Klebung LTCC- Membranträger
Ölbefüllung der Drucksensoren	
statische Vermessung der Drucksensoren	

Stefan Sindlinger	Christian Wohlgemuth
dynamische Vermessung der Drucksensoren	

8.2 Beschreibung herausragender technischer Lösungen

Im Folgenden werden die im Verbundprojekt MATCHDRUCK aufgebauten miniaturisierten mediengetrenten Druck- und Differenzdrucksensoren beschrieben. Dabei wird im besonderen auf die technischen Lösungen eingegangen, die im Bereich der Drucksensorik ein Alleinstellungsmerkmal darstellen.

Um eine genaue Einordnung zu ermöglichen, erfolgt zuerst eine kurze Beschreibung des Drucksensors, der als Schnittbild in Abbildung 8.1 gezeigt wird [Woh05].

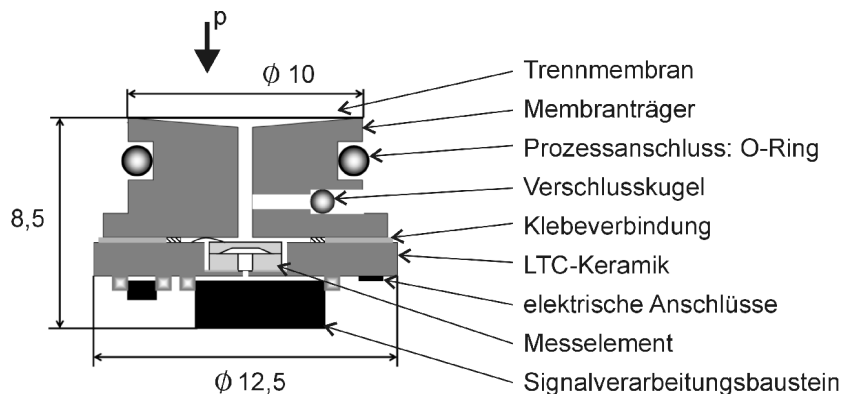


Abbildung 8.1: Schnittbild eines Relativdrucksensors der 3. Musterbauserie des Verbundprojekts MATCHDRUCK

Das piezoresistive Druckmesselement ist in einen Körper aus LTC-Keramik mit einer weichen Klebung eingefügt. Die elektrische Kontaktierung des Druckmesselements erfolgt durch Drahtbonden. Auf der Unterseite befindet sich der Signalwandlerbaustein und die zum Baukastensystem MATCH-X kompatiblen elektrischen Anschlüsse. Das Schaltungslayout ist in Dickschichttechnik in der LTC-Keramik integriert. Über dem Druckmesselement befindet sich der Membranträger, der mit der LTC-Keramik verklebt ist. Er integriert den Prozessanschluss und den Kugerverschluss zur Ölbefüllung. Der zu messende Druck wird über die Trennmembran und ein ölgefülltes Kapillarsystem auf die Silizium-Druckmessplatte übertragen.

Bei der Absolutdruckvariante ist die Rückseite des Druckmesselements verschlossen. Bei der Relativdruckvariante befindet sich unter dem Signalverarbeitungsbaustein eine Zugangsbohrung, die den Luftdruck zugeführt.

Die Differenzdruckvariante weist einen veränderten Aufbau auf, der in Abbildung 8.2 gezeigt wird.

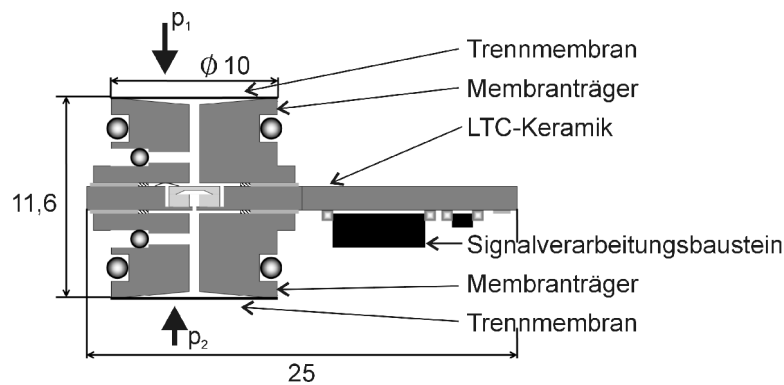


Abbildung 8.2: Schnittbild eines Differenzdrucksensors der 3. Musterbauserie des Verbundprojekts MATCHDRUCK

Auf beiden Seiten des Drucksensorelements befindet sich ein Prozessanschluss zur mediengetrenten Druckeinleitung. Entsprechend sind zwei Verschlüsse zur Ölbefüllung notwendig. Zur Aufnahme des Signalwandlerbausteins ist die Keramik zur Seite hin verlängert.

Der Ablauf der Herstellung der Drucksensoren, die jeweils beteiligten Projektpartner und verwendeten Technologien werden in Abbildung 8.3 gezeigt.

Die Fertigung beginnt in zwei Strängen mit der LTC-Keramik und dem Membranträger. Die mit den Messelementen und den Elektronikbausteinen bestückte Keramik und die Trennmembranen werden vermessen, um das statische Sensorverhalten, das in Kapitel 3 dargestellt ist, beschreiben zu können. Anschließend werden Keramik und Membranträger zum Sensor zusammengesetzt und mit Silikonöl befüllt. In den nächsten Arbeitsschritten erfolgt eine weitere umfangreiche messtechnische Qualifizierung und die Programmierung des Signalwandlerbausteins.

Nach dem Überblick über den Aufbau der Drucksensoren werden in den folgenden Abschnitten die wichtigsten Technologien, die im Fertigungsprozess zum Einsatz kommen, erläutert.

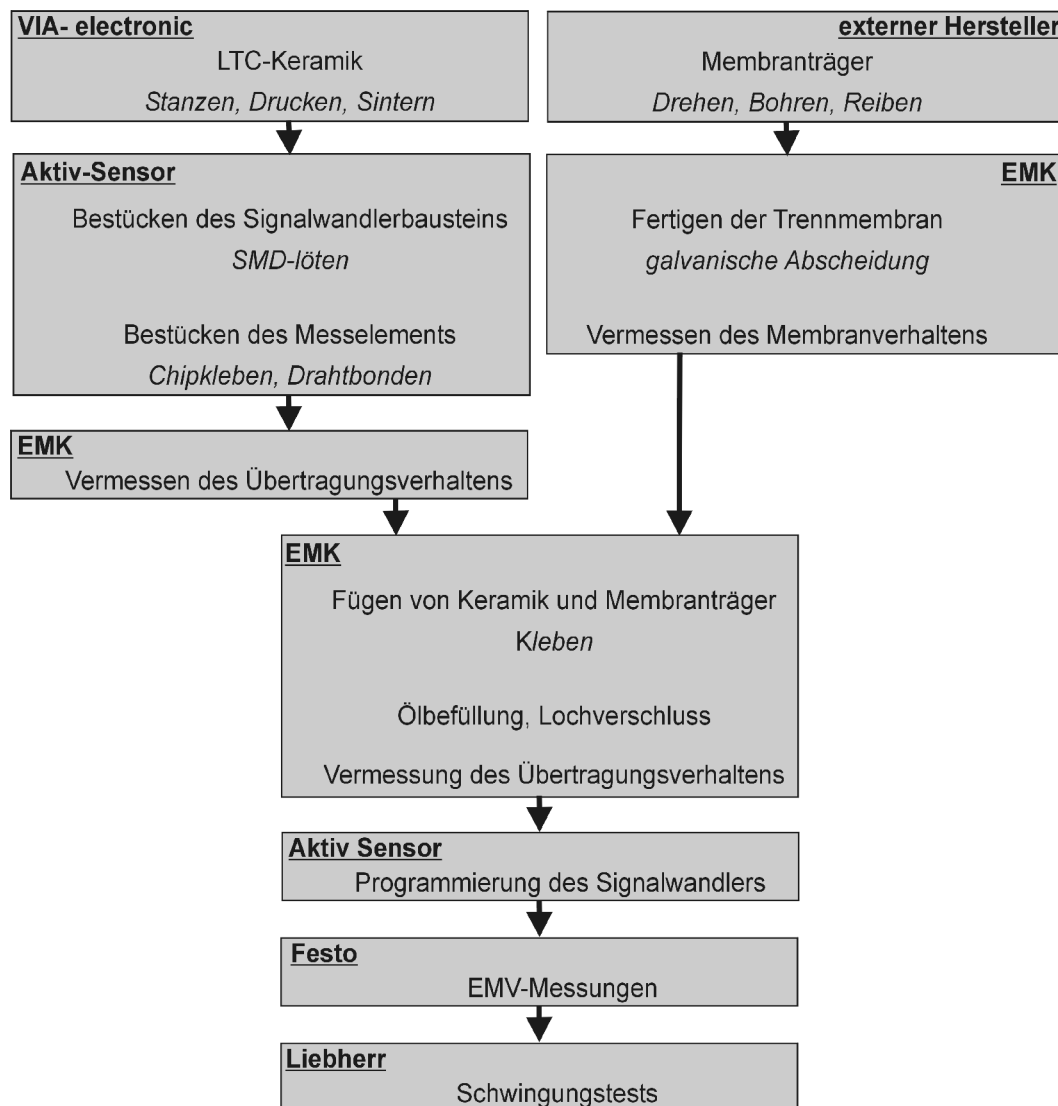


Abbildung 8.3: Ablauf der Fertigung der Musterbauserien

8.2.1 Die Keramikkomponente des Sensorgehäuses

Die Keramikkomponente des Sensorgehäuses besteht aus LTC-Keramik, einer Schichtkeramik, die in Form grüner Lagen bearbeitet und anschließend gesintert wird. Aufgrund der Sintertemperatur von ca. 800 °C ist es möglich, Leiterbahnen, Durchkontaktierungen und passive Bauelemente in Dickschichttechnologie zwischen den einzelnen Lagen einzubringen. Bedingt durch die Fertigungstechnologie ist die Ausführung von Hinterschnidungen nicht möglich. Tabelle 8.4 fasst die grundlegenden Werkstoffkennwerte zusammen [Bar05].

Tabelle 8.4: Werkstoffkennwerte von LTC-Keramik

Kennwert	Zahlenwert
Isolationswiderstand	10^{12} W (100V)
Temperaturausdehnungskoeffizient	$5,8 \cdot 10^{-6} / \text{K}$
Elastizitätsmodul	ca. 10^4 MPa
Toleranzen	$\pm 0,2 \%$
Sintertemperatur	800 bis 900 °C

Abbildung 8.4 zeigt verschiedene Ansichten der LTC-Keramik: Seitenansicht, Detailansicht der Elektronik zur Signalverarbeitung und des eingeklebten piezoresistiven Messelements mit Drahtbonds.

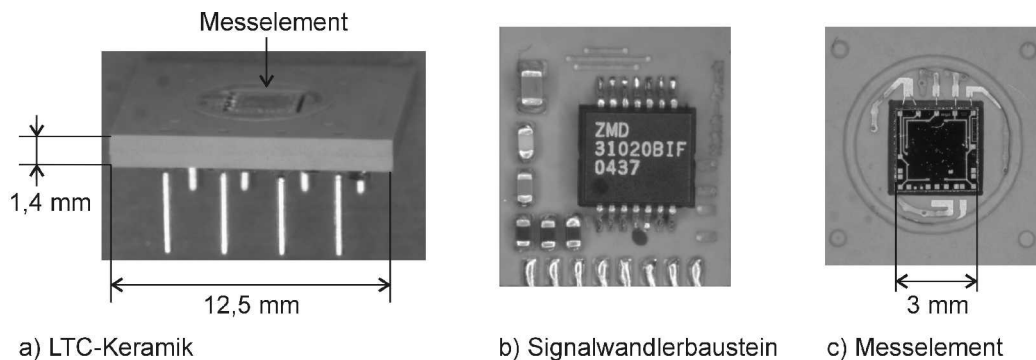


Abbildung 8.4: LTC-Keramik in Seiten- und Detailansicht

Der Wärmeausdehnungskoeffizient von LTC-Keramik ist relativ gut an den von Silizium angepasst, so dass die Chipklebung minimale temperaturbedingte Verschiebungen ausgleichen muss. Das Drucksensorelement wird in den Keramikkörper mit einer weichen Chipklebung gefügt. An den Auftrag des Klebstoffs werden hohe Anforderungen gestellt, da die Klebung bei Relativ- und Absolutdrucksensoren dicht zwischen den beiden Druckbereichen trennen muss und die Bohrung im Glaskörper nicht verschlossen werden darf. Für Druckmesselemente mit einer Kantenlänge von $2 \times 2 \text{ mm}$ ist nur noch ein automatisiertes Dispensieren des Klebstoffs möglich [Kar06].

8.2.2 Das piezoresistive Silizium-Messelement

Das piezoresistive Messelement ist der mechanoelektrische Wandler des Drucksensors [Mes00], [Ger97], [Bao00]. Seine Stabilität ist die Voraussetzung für die Stabilität des gesamten Sensorsystems. Es kommen zwei Typen von Messelementen zum Einsatz: für die Druckbereiche bis 2 bar ein Messelement mit einer Kantenlänge von $3 \times 3 \text{ mm}^2$ und für den Druckbe-

reich bis 25 bar ein Messelement mit einer Kantenlänge von $2 \times 2 \text{ mm}^2$. Abbildung 8.5 zeigt ein Schnittbild des Drucksensorelements [Akt05]:

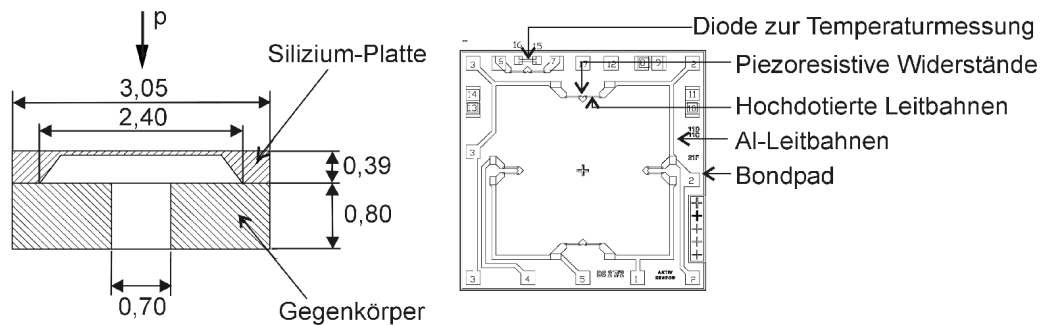


Abbildung 8.5: Schnittbild und Draufsicht des Drucksensorelementes DS 27

Im Rahmen des Verbundprojekts werden mehrere Technologievarianten untersucht, um die Verbesserung der Null-Punkt-Stabilität zu erreichen.

Der Gegenkörper, auf den das Silizium-Messelement anodisch gebondet ist, wird aus verschiedenen Materialien ausgeführt. Durch seine Nähe zur Druckmessplatte führen Differenzen der Temperaturexpansionskoeffizienten zum Eintrag von mechanischen Spannungen und einer temperaturabhängigen Offsetspannung. Tabelle 8.5 gibt einen Überblick über die untersuchten Materialien:

Tabelle 8.5: Temperaturverhalten ausgesuchter Materialien der Gegenkörper

Material	Temperaturexpansionskoeffizient (100°C)	Beschreibung der Untersuchung
Silizium, 2 mm	$2,9 \cdot 10^{-6}/\text{K}$	Optimale Anpassung des Temperaturverhaltens als Referenz
Boroflat-Glas, 0,8 mm	$3,3 \cdot 10^{-6}/\text{K}$	Standardmaterial, schlechte Anpassung
Hoya SD-2-Glas, 0,4 mm	$2,8 \cdot 10^{-6}/\text{K}$	Beste Anpassung der 0-Punktverschiebung, ähnlich Silizium

Durch Verwendung des Hoya-SD2-Glases wird die beste Anpassung des temperaturabhängigen Null-Punkt-Verhaltens erreicht.

Bei diesen Untersuchungen der Temperaturabhängigkeit der Offsetspannung wird die Rückwirkung des Montageverfahrens des Messelements deutlich. Eine aufgestielte Montage mit einem dünnen, dem Gegenkörper angepassten Glasrohr zeigt einen nicht mehr nachweisbaren Einfluss. Die Klebung des Sensorelements mit weichem Silikonkleber weist eine nachweisbare Zyklusdrift auf, die gegenüber dem Temperaturkoeffizienten des Nullpunktes zu vernachlässigen ist.

Für die Anwendung der Druckmesselemente in ölgefüllten Zellen ist eine elektrische Abschirmung der aktiven Oberfläche notwendig, um den Aufbau von Spiegelladungen in der Ölfüllung zu verhindern. Die Abschirmung wird mit einem leitfähigen dotierten Polysiliziumschirm realisiert, der auf einem isolierenden Verbund von Oxidschichten aufgebracht wird. Die verschiedenen Ausdehnungskoeffizienten von Polysilizium und Siliziumdioxid führen zu temperaturinduzierten mechanischen Spannungen in der Messplatte. Um diese zu minimieren, wird die Stärke und Abfolge der Oxidschichten so optimiert, dass eine stabile Isolation und ein geringer Temperatureinfluss erzielt wird. Tabelle 8.6 gibt einen Überblick über die Kennwerte des optimierten Messelements.

Tabelle 8.6: Kennwerte der optimierten Messelemente

Kennwert	Messwert
Temperaturkoeffizient des Null-Punktes	-2 $\mu\text{V}/\text{VK}$
Linearitätsfehler	0,1 % des Nennwertes
nichtkompensierbarer Gesamtfehler	0,2 % des Nennwertes

8.2.3 Die galvanisch abgeschiedene Trennmembran

Die Trennmembran ermöglicht eine Ausdehnung des sich im Sensor befindlichen Silikonöls. Sie wird vollflächig mit dem zu messenden Druck beaufschlagt und dient zur Druckeinkleitung in das Kapillarsystem des Sensors. Als großflächiges, dünnwandiges Bauteil ist von ihr die Hermetizität des Sensors abhängig. Es gibt zwei verschiedene Verfahren zur Membranherstellung: Fügeverfahren und Galvanoformung.

Membranherstellung durch Fügeverfahren

Charakteristisch für dieses konventionelle Fertigungsverfahren ist, dass es zu einem Arbeitsschritt des Fügens kommt. Als Ausgangsmaterial dienen austenitische Stähle mit einer Blechdicke zwischen 15 und 50 μm . Typisch sind Chrom-Nickel-Stähle, die zur Anpassung der Werkstoffeigenschaften noch Zusätze von Kupfer, Titan oder Molybdän enthalten.

Durch Walz- und Temperprozesse werden die Spannungen und die Inhomogenität aufgrund der Vorzugsrichtung im Blech auf ein Minimum reduziert. Bei der Membranherstellung sind zwei verschiedene Abläufe möglich: Prägen, Stanzen, Schweißen oder Stanzen, Schweißen, Prägen. Beim Prägeprozess dünner Membranen ist eine Führung des Materials notwendig. Bei beiden Abläufen ist dies durch den Verbund im Blech oder mit dem Membranträger gewährleistet. Beim Stanzen werden besonders hohe Anforderungen an die Werkzeuge gestellt. Besonders bei geringen Blechstärken sind Passungen im μm -Bereich notwendig. Als Schweißverfahren eignen sich das Laserschweißen, mit dem sich einer Schweißbahn von 0,3 mm Breite erzielen lässt,

oder das WIG-Schweißen, wobei die Membran zwischen zwei Werkstücken eingeschweißt wird.

Durch das Prägen und Schweißen kommt es zu plastischen Verformungen in der Membran, die mit dem Eintrag innerer Spannungen verbunden sind. Oberste Grenze der Strukturierung der Membran ist die Streckgrenze des Werkstoffs.

Durch die lokale Erwärmung bei dem Schweißprozess entstehen mechanische Verspannungen und eine Änderung im Metallgefüge. Die Schweißnaht ist im Langzeitverhalten besonders bruchgefährdet.

Die konventionellen Herstellungsverfahren sind Einzelprozesse. Handhabung der dünnwandigen Membranen und exakte Ausrichtung erhöhen den Herstellungsaufwand zusätzlich [Dig82], [Kra94], [Grü80].

Membranherstellung durch Galvanoformung

Ein neuartiges Verfahren der Galvanoformung von Trennmembranen wurde im Rahmen von Forschungsarbeiten am Institut für Elektromechanische Konstruktionen entwickelt [Oho00]. Es erzeugt eine membranartige Struktur durch haftende und nichthaftende galvanische Abscheidung in einem direkten Urformprozess [Win71] [Jel97II]. Abbildung 8.6 zeigt den Ablauf des entwickelten Verfahrens.

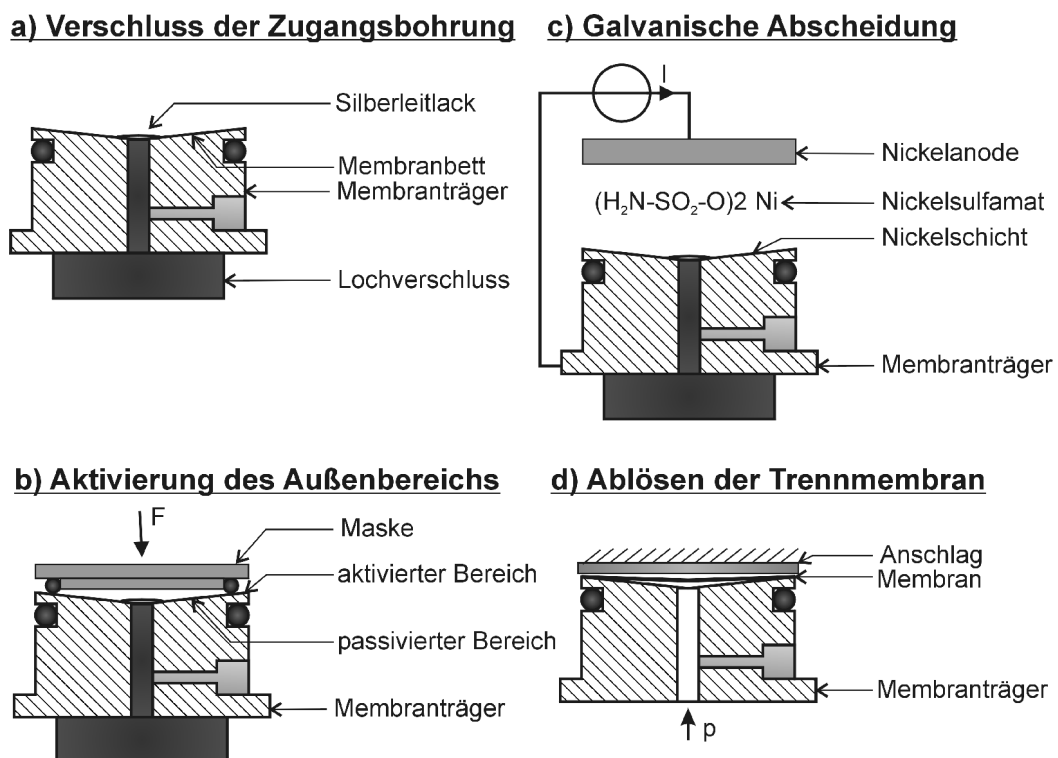


Abbildung 8.6: Ablauf der Herstellung galvanisch abgeschiedener Trennmembranen

Als Material für den Membranträger dient Edelstahl nach DIN 1.4404. Er weist die geforderte Korrosionsbeständigkeit auf und hat durch seinen geringen Schwefelanteil eine besonders homogene Oxidschicht nach der Passivierung. Der Membranträger wird in einem Massenprozess passiviert und die Zugangsbohrung wird zur Herstellung der Membran durch einen Passstift verschlossen (a). Der mittlere Bereich der Membran wird maskiert und der äußere Bereich durch Elektropolieren aktiviert (b). Anschließend erfolgt die galvanische Abscheidung. Auf die Schichtdicke der galvanischen Abscheidung hat die Passivierung keine Auswirkung (c). Nach Herstellung der Membran wird der Verschluss der Bohrung entfernt. Das Ablösen der Membran erfolgt nach der galvanischen Abscheidung durch Druckluft (d). Ein selbständiges Ablösen durch Zusammenwirken der inneren Spannungen und der Passivierung führt zu einem Aufreißen der Membran [Pem 05].

Durch das Zusammenwirken der konischen Membranform mit gezielt im Abscheidungsprozess hervorgerufenen Zugspannungen ist es möglich, die Membran in eine Ruhelage oberhalb des Membranbetts zu bringen.

Als Membranwerkstoff wird Nickel gewählt, da es für die Galvanoformung am besten geeignet ist. Nickelsulfat und -sulfamatbäder sind labortechnisch einfach handhabbar und bieten die Möglichkeit der haftenden und nichthaftenden Abscheidung. Die inneren Zugspannungen sind über die Abscheidungsparameter in einem Bereich von 0 bis 100 N/mm² einstellbar. Die mechanischen Eigenschaften von Nickel sind denen von Edelstahl ähnlich, die Korrosionsfestigkeit ist ausreichend [Win71].

Vergleich der Galvanoformung mit konventionellen Verfahren

In Tabelle 8.7 werden die Galvanoformung von Trennmembranen mit dem konventionellen Herstellungsverfahren durch Prägen, Stanzen und Fügen verglichen.

Tabelle 8.7: Vergleich der Verfahren zur Membranherstellung

Merkmal	galvanogeformte Membran		gefügte Membran	
Formgebung	frei durch direktes Urformen	+	eingeschränkt durch Streckgrenze	-
innere Spannungen	gezielt eingebracht, verringern die Nachgiebigkeit	0	als Randeffekte des Prägens und Schweißens	0
Materialien	Nickel als Grundmaterial, Schichtaufbau möglich	0	freie Materialauswahl	+
Schwachstellen	Lochüberspannung	0	Schweißnähte	0
Handhabung	mehrstufiger Prozess	0	empfindliche Teile	0
Prozess	Parallelprozesse	+	Einzelprozesse	-
Erfahrung	Erprobungsstadium	-	langjährig industriell eingesetzt	+

Die Vorteile galvanogeformter monolithischer Membranen liegen in der freien Formgebung und der Durchführung des galvanischen Prozesses als Parallelprozess. Die fehlende Erfahrung zeigt sich nicht nur bezüglich der Langzeitstabilität, sondern auch im Fehlen einer Berechnungsgrundlage zur Auslegung galvanogeformter Trennmembranen, die in Kapitel 5 dargestellt ist.

8.2.4 Der Membranträger aus Edelstahl

Der Membranträger ist als Drehteil aus Edelstahl gefertigt und integriert folgende Funktionen:

- Widerlager und Formgebung der Membran,
- Prozessanschluss,
- verschließbare Befüllöffnung für das Füllmedium,
- Druckleitung zum Messelement.

Abbildung 8.7 zeigt den Schnitt eines Membranträgers.

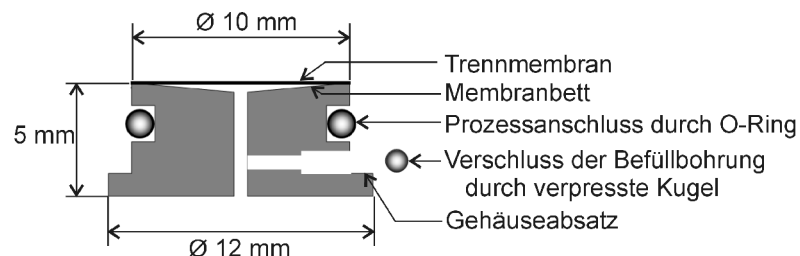


Abbildung 8.7: Schnitt durch einen Membranträger der 3. Musterbaureihe

Auf der Oberseite des Membranträgers befindet sich die Membran oberhalb des Membranbetts. Je nach Fertigungsverfahren der Membran nimmt das Membranbett eine spezifische Form an. Für geprägte und aufgeschweißte Membranen werden die geringsten Anforderungen an die Formgebung gestellt. Sobald die Membran auf dem Membranbett geprägt oder auf das Membranbett galvanisch abgeschieden wird, bestimmt das Membranbett die Membranform und muss entsprechend der Auslegung der Membran präzise gefertigt sein.

Der Prozessanschluss, der aus einem umlaufenden O-Ring besteht, dient zur Einleitung des Messmediums und erleichtert die Handhabung bei der Durchführung der galvanischen Abscheidung. Andere Prozessanschlüsse mit Gewinde können auf den Gehäuseabsatz aufgeschweißt werden.

Das Kapillarsystem des Sensors wird durch eine seitliche Öffnung befüllt. Nach dem Einfüllen des Öls erfolgt ein hermetisch dichter Verschluss mit einer eingepressten Stahlkugel. Die Mittelbohrung des Membranträgers ist als Passung ausgeführt, um sie bei der galvanischen Abscheidung der Membran mit einem Passstift verschließen zu können.

Der Membranträger wird mit einer Klebung auf die LTC-Keramik gefügt. Dabei ist die Klebung besonderen Belastungen durch die unterschiedlichen Temperaturexpansionskoeffizien-

enten von Edelstahl und LTCC sowie durch die geforderte Festigkeit des 5-fachen Nenndrucks ausgesetzt. Es treten Kräfte bis 20 N/mm^2 auf. Durch Modellbildung und praktische Tests unter Feuchtigkeitseinwirkung wurde ein Epoxidharz als geeigneter Klebstoff qualifiziert [Hab97], [No103].

Die Gefahr des Eindiffundierens von Fremdatomen in die Ölfüllung des Drucksensors über die Klebstelle ist nicht gegeben, weil kein Kontakt zum aggressiven Messmedium besteht und die Klebung eine kleine Angriffsfläche von 4 mm^2 und eine lange Diffusionsstrecke von 3 mm aufweist.

8.2.5 Der Signalwandlerbaustein zur Kompensation von Messfehlern

Die Kompensation der statischen Messfehler mit Ausnahme des Hysteresefehlers erfolgt durch einen Signalwandlerbaustein, der zusammen mit ergänzenden Bauelementen auf der LTC-Keramik integriert ist (s. Abbildung 8.4 b). Abbildung 8.8 zeigt die Schaltungskonzepte, die zur Kompensation statischer Messfehler resistiver Sensoren mit Wheatstonebrückenschaltung verwendet werden [Zah03].

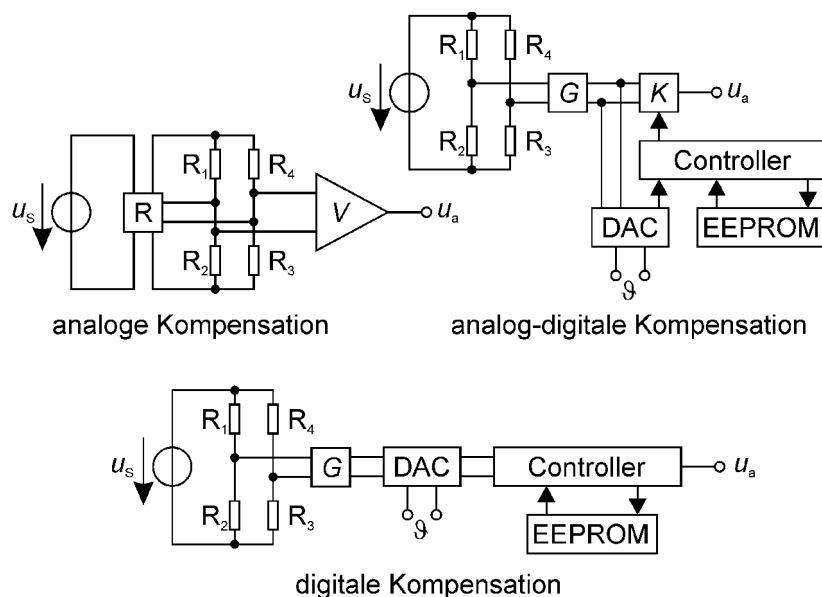


Abbildung 8.8: Schaltungskonzepte zur Korrektur statischer systematischer Signalfehler

Bei der rein analogen Kompensation wird ein zusätzliches temperaturabhängiges Widerstandsnetzwerk in die Messbrücke oder nahe der Messbrücke eingefügt. Sowohl der Nullpunkt als auch die temperaturabhängigen Anteile können in vorgegebenen Schranken korrigiert werden. Dem einfachen Aufbau steht jedoch ein relativ hoher Aufwand zum Abgleich der Widerstände gegenüber, der durch einen mechanischen Eingriff erfolgt.

Eine elegantere Lösung zeigt die analog-digitale Kompensation. Sie besteht ebenfalls aus einem analogen Signalpfad. Die Störgröße der Temperaturänderung wird getrennt erfasst und digitalisiert. Unter Nutzung der im EEPROM abgelegten diskreten Korrekturwerte beeinflusst ein programmierbarer Verstärker die Messwerte.

Der verwendete Signalwandlerbaustein ZMD 31020 nutzt ein rein digitales Verfahren zur Korrektur der Messwerte. Die reale statische Sensorkennlinie wird mit einer gebrochenrationalen Korrekturfunktion multipliziert, die eine rationale Funktionskorrektur bewirkt. Hierbei wird angestrebt, nichtlineare und temperaturabhängige Terme herauszukürzen.

Die Aufnahme des temperatur- und druckabhängigen Kennlinienfeldes jeder Druckmesszelle ist mit für MEMS-Komponenten überdurchschnittlich hohem Aufwand verbunden. Mit Hilfe einer optimierten Messstrategie kann unter Nutzung von typischen Chargenwerten der messtechnische Aufwand stark reduziert werden. Abbildung 8.9 zeigt die Reduzierung des Gesamtfehlers von Drucksensoren unter Verwendung unterschiedlicher Kalibrierungen und den benötigten relativen Zeitaufwand [Lot04].

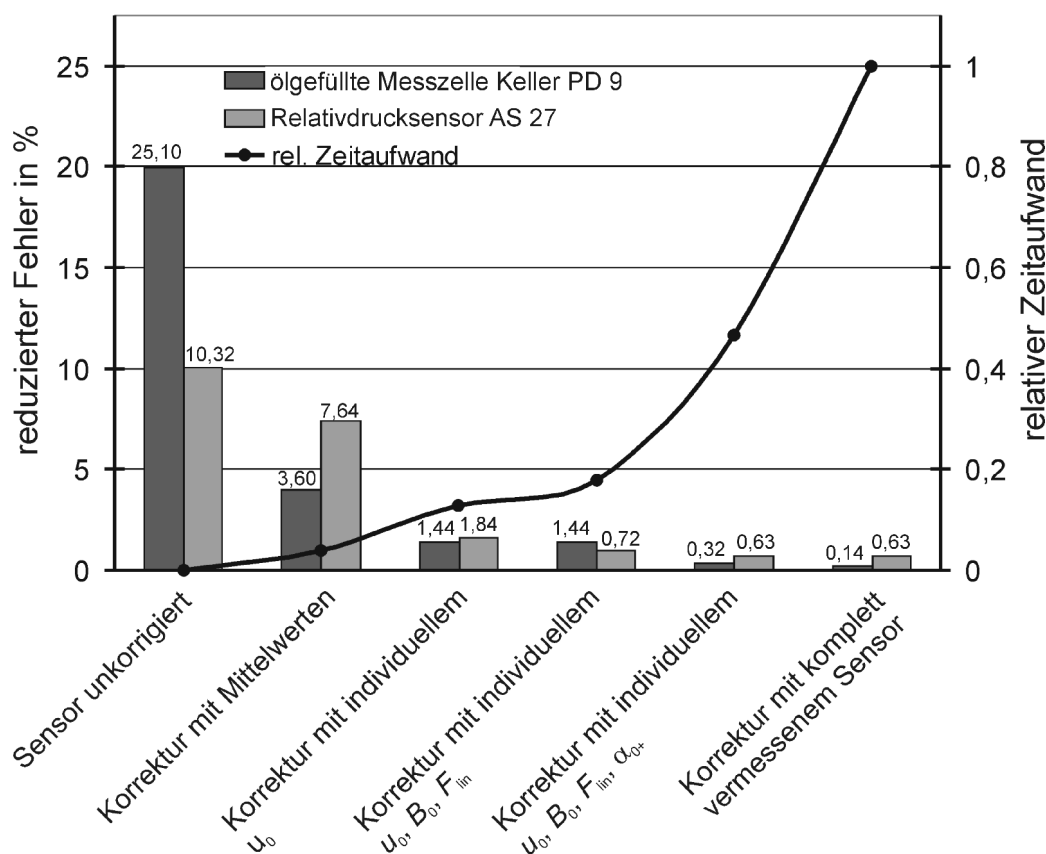


Abbildung 8.9: Reduzierung des Gesamtfehlers piezoresistiver Drucksensoren durch angepasste Programmierung des Signalwandlerbausteins

Die Untersuchungen werden an ölfüllten Messzellen und an piezoresistiven Drucksensoren ohne Medientrennung der Firma Aktiv Sensor durchgeführt [Kel03], [Akt05].

Solange keine temperaturabhängigen Kennwerte ausgemessen werden müssen, liegt der Zeitaufwand unter 20 % der Zeit eines vollständigen Messprogramms. Für eine Fehlerkorrektur, die das Unterschreiten der in der Anforderungsliste in Tabelle 8.2 geforderten Messunsicherheit gewährleistet, ist eine Messung der temperaturabhängigen Kennwerte notwendig.

8.3 Bewertung des Aufbaus der miniaturisierten Drucksensoren

Durch Einsatz angepasster Werkstoffe und neuer Fertigungstechnologien ist es gelungen, den Bauraum und die Kosten für mediengetrennte Druck- und Differenzdrucksensoren drastisch zu reduzieren. Damit werden zu den konventionellen Fertigungsverfahren Alternativen entwickelt und in der Drucksensorik erprobt. Die im Verbundprojekt MATCHDRUCK entwickelten Druck- und Differenzdrucksensoren unterscheiden sich durch folgende Merkmale von handelsüblichen Drucksensoren [Woh05]:

- Miniaturisierung des mediengetrennten piezoresistiven Drucktransmitters (Sensor und signalverarbeitende Elektronik) auf einen Bauraum von 1,3 cm³ für Relativ- und Absolutdruck und 3,6 cm³ für Differenzdruck.
- Reduktion des Membrandurchmessers auf \square 9 mm, bei einem Anschlussdurchmesser von \square 10 mm.
- Entwicklung eines neuartigen Verfahrens zur Membranherstellung durch Galvanoformung, das eine Alternative zum konventionellen Verfahren - Stanzen, Prägen und Schweißen - darstellt.
- Integration von mediengetrennten Drucksensoren in das Baukastensystem Match-X mit den daraus resultierenden Vorteilen für Kleinserien.
- Nachhaltige Verbesserung der messtechnischen Stabilität von piezoresistiven Druckmessselementen.
- Bereitstellung eines aufwandsoptimierten Messprogramms zur Programmierung von Signalwandlerbausteinen, das eine Vorausberechnung des Messfehlers erlaubt.
- Fertigung der Sensorbauteile in kostengünstigen Batchprozessen: Keramikgehäuse, Siliziummesselement, galvanisch abgeschiedene Trennmembran. Damit liegen die Herstellungskosten unter denen von konventionell gefertigten Drucktransmittern mit vergleichbaren Messfehlern.
- Erschließung neuer Einsatzgebiete für mediengetrennte Sensoren aufgrund des kleinen Bauraums, geringen Gewichts und niedriger Kosten insbesondere im Maschinenbau und der Gebäudeautomatisierung.

9 Zusammenfassung der Ergebnisse und Ausblick

Im abschließenden Kapitel werden die Ergebnisse dieser Arbeit strukturiert zusammengefasst, bewertet und ein Ausblick auf weiteren Forschungsbedarf und anschließende Entwicklungsmöglichkeiten gegeben.

9.1 Physikalisches Modell flüssigkeitsgefüllter Drucksensoren

Das physikalische Modell der Drucksensoren, das in Kapitel 3 ausführlich beschrieben wird, ermöglicht es, aus den geometrischen und werkstofftechnischen Daten des Sensorgehäuses den Temperaturkoeffizienten der Offsetspannung des Sensorsignals und den Übertragungsfaktor vorauszuberechnen. Der Einfluss des statischen Drucks wird bei Differenzdrucksensoren mit berücksichtigt. Die gehäuseinduzierten zufälligen Messfehler können nicht beschrieben werden. Durch die in Abschnitt 7.2 vorgestellten Messergebnisse wird das physikalische Modell für Relativdrucksensoren exakt bestätigt. Die messtechnische Bestätigung für weitere Sensorvarianten wie Absolut- und Differenzdrucksensoren wird im Rahmen der Nutzung dieses Entwurfswerkzeugs für flüssigkeitsgefüllte Sensorgehäuse beim Anwender erbracht werden.

Durch eine Verfeinerung des Modells, die Nichtlinearitäten der Übertragungsfunktionen und Koeffizienten berücksichtigt, sowie durch Einbeziehung von Störquellen kann neben der Vorausberechnung des Sensorsignals auch eine Vorausberechnung der Signalstörungen erfolgen. Die Weiterentwicklung des Sensormodells muss allerdings eng mit Messungen an Musteraufbauten verknüpft sein, um die Relevanz des Modells zu gewährleisten. Eine Verknüpfung des statischen mit dem dynamischen Sensormodell stellt für den ganzheitlichen Sensorentwurf eine Erleichterung dar.

9.2 Entwurf von Trennmembranen

Im Rahmen des Membranentwurfs wird die akustische Nachgiebigkeit von Trennmembranen in einer analytischen optimierbaren Form dargestellt. Das Modell zum Membranentwurf wurde an

verschiedenen Musteraufbauten validiert und durch anwendungstechnische Erfahrungen ergänzt.

9.2.1 Modellbildung von Trennmembranen

Die Modellbildung der Trennmembranen basiert auf analytischen Ansätzen der Elastomechanik und berücksichtigt sowohl ein Platten- als auch ein Membranverhalten. In den analytischen Ansatz von FEODOSEV wird die Darstellung der Wellenform nach ANDREEVA implementiert. Folgende Parameter der Membrangeometrie werden berücksichtigt: Radius, Dicke, Wellenform, Konusstiefe, Elastizitätsmodul, Querkontraktionszahl und mechanische Vorspannungen in der Membran.

Für analytisch nicht mehr lösbare Fälle steht ein Verfahren zur Verfügung, das auf Basis der Regressionsanalyse die Ableitung von analytischen Gleichungen aus numerischen Simulationen in einem Arbeitsbereich ermöglicht. Damit kann die effektive Fläche einer Trennmembran bestimmt werden, so dass die Berechnung der akustischen Nachgiebigkeit möglich ist. In Kapitel 4 werden dieses Verfahren und die analytischen Gleichungen für Trennmembranen ausführlich beschrieben und ihre Eignung im Vergleich mit Messwerten nachgewiesen. Die Anforderungen an die Rechnertechnik zur Implementierung und Ausführung der beschriebenen Entwurfswerkzeuge werden von jedem handelsüblichen Personalcomputer erfüllt.

Die analytische Beschreibung von Trennmembranen wird anwendungsorientiert zusammengefasst. Durch das Verfahren der Ableitung analytischer Gleichungen aus numerischen Simulationsergebnissen wird ein geeignetes Werkzeug zur Optimierung bei Konstruktionsaufgaben mit ausreichender Genauigkeit bereitgestellt. Seine gute Einsetzbarkeit wird bei der Berechnung der effektiven Membranfläche, die analytisch nicht mehr möglich ist, bewiesen. Bei zukünftigen Entwicklungen inhomogener Wellenstrukturen von Trennmembranen zur Maximierung der Nachgiebigkeit wird dieses Entwicklungswerkzeug maßgeblich zum Einsatz kommen.

Aus den bearbeiteten Anwendungsfällen lässt sich eine Bibliothek von spezifischen Membrangeometrien ableiten, die durch Berechnung einer breiten Datenbasis die Einsetzbarkeit der analytischen Entwurfswerkzeuge erweitert und verfeinert. Wiederkehrende Abläufe sollten zur Entlastung der Nutzer als Routinen in die rechnergestützten mathematischen Programme implementiert werden.

9.2.2 Anwendung von Trennmembranen

Die im Entwurf festgelegten Eigenschaften einer Trennmembran müssen für eine erfolgreiche Anwendung eine Unempfindlichkeit gegenüber Einflüssen aus dem Herstellungs- und Montageprozess aufweisen. Besonders das Auftreten eines nichtlinearen Verhaltens durch Sprünge und Hysteresen muss verhindert werden.

Wellen in der Membranstruktur, die die Eigensteifigkeit erhöhen, reduzieren Nichtlinearitäten im Auslenkungsverhalten der Membran, die durch montagebedingte ungleichmäßige Vorspannungen hervorgerufen werden. Wie die Ergebnisse in Kapitel 8 zeigen, sind dazu Wellenhöhen in der Größenordnung der Membrandicke ausreichend. Die maximale Nachgiebigkeit der Trennmembran stellt sich ebenfalls bei Wellen dieser Größenordnung ein. Durch Wellen, die höher als die fünffache Membrandicke sind, wird die Nachgiebigkeit der Trennmembran massiv reduziert und die Linearität erhöht.

Die in galvanisch abgeschiedenen Trennmembranen eingebrachten Zugspannungen führen ebenfalls zur nachhaltigen Reduzierung des Hystereseverhaltens.

Wegen der großen Anfälligkeit für durch Fertigung und Montage eingetragener Spannungen sind flache Membranen als Trennmembranen ungeeignet. Durch Variation der Wellenhöhe werden die Eigenschaften von Trennmembranen eingestellt. Die Wellenform ist von sekundärer Bedeutung, so dass sie auf den Fertigungsprozess abgestimmt werden kann.

Durch Messergebnisse aus dem Einsatzfeld können die Berechnungsalgorithmen überprüft werden und verschiedene geometrische Formen der Trennmembranen auf ihre Praxistauglichkeit untersucht werden. Aus Sicht des Anwenders wäre eine umfassende Untersuchung, die die Trennmembraneometrien bezüglich ihres Übertragungsverhaltens, des Fertigungsaufwandes und ihrer Medienresistenz bewertet, eine umfassende Hilfestellung im Entwicklungsprozess.

9.3 Galvanoformung von Trennmembranen

Für das Verfahren der Galvanoformung wurde erstmalig ein angepasstes Entwurfswerkzeug entwickelt, das es ermöglicht, für diesen Herstellungsprozess angepasste Trennmembranen zu entwerfen.

Die Einflussnahme auf die galvanisch abgeschiedene Schicht durch Variation der Badzusammensetzung und Prozessführung wird mit Hilfe von Messreihen dargestellt. Die für die Membranherstellung relevanten Größen der Eigenspannungen, des Elastizitätsmoduls und der Dichtigkeit der Schicht werden in Kapitel 6 eingehend untersucht. Die Erstellung eines Prozessmodells für die galvanische Abscheidung ist jedoch nur bedingt möglich, da der Einfluss nicht berücksichtigter Störgrößen, wie Zersetzungsprodukte, erheblich ist. Durch den Einsatz geeigneter Messverfahren muss immer wieder der Arbeitspunkt der Schichteigenschaften bestimmt werden.

Aus den Untersuchungen der galvanischen Abscheidung werden umfassende Anforderungen an die Gerätetechnik, die zur Galvanoformung von Trennmembranen notwendig ist, abgeleitet. Diese Ergebnisse müssen mit Untersuchungen zur Korrosionsfestigkeit der Trennmembranen, insbesondere durch die Verunreinigung der Nickelschicht durch Schwefeleinschlüsse, kombi-

niert werden, um den Fertigungsprozess in Hinblick auf eine industrielle Nutzung hin weiterzuentwickeln.

Für den industriellen Einsatz ist die Oxidschicht auf dem Membranträger zu optimieren, um die Reproduzierbarkeit der haftenden und nichthaftenden Abscheidung zu verbessern. Die Weiterentwicklung eines Oxid-Schichtsystems muss unter Einbeziehung materialwissenschaftlicher Erkenntnisse erfolgen. Für das Abscheiden ist die Entwicklung eines Jet-Plating-Verfahrens sinnvoll, da durch die gezielte Strömung Wasserstoffblasen verhindert werden und durch die exakte Feldführung eine gezielte galvanische Abscheidung mit einstellbaren Schichtdicken erzielt wird.

9.4 Sensor-Gesamtsystem MATCHDRUCK

Die im Verbundprojekt MATCHDRUCK entwickelten mediengetrennten Drucksensoren erweitern das Einsatzspektrum mediengetrennter Drucksensoren. Der Einsatz von LTC-Keramik ermöglicht, wie in Kapitel 8 beschrieben, eine Funktionsintegration und Miniaturisierung, die eine Kostensenkung hervorruft. Die Messfehler der Drucksensoren, zumal beim Einsatz eines Signalwandlerbausteins, unterschreiten 0,5 %. Die Medienresistenz ist hoch, da das Messmedium nur mit der Trennmembran und dem Membranträger in Kontakt kommt. Im Messbereich von 100 mbar sind die mediengetrennten Differenzdrucksensoren gegenwärtig die mit dem kleinsten am Markt erhältlichen Bauvolumen.

Folgende Weiterentwicklungen sind für eine Markteinführung notwendig:

- Optimierung der Konstruktion in Bezug auf Fertigungssicherheit und Montagefreundlichkeit,
- Anpassungskonstruktionen in Bezug auf spezielle Anwendungen und Systemintegration,
- Auslegung des Sensorsystems auf erweiterte Temperaturbereiche, die das gesamte thermische Einsatzspektrum piezoresistiver Druckmesselemente umfassen,
- Vereinfachung der Konstruktion unter Einsatz preisgünstigerer Materialien, um Kosten zu senken. Der größere Messfehler, der dabei auftritt, kann in bestimmten Anwendungen hingenommen werden.

Das im Verbundprojekt MATCHDRUCK entwickelte Sensorsystem ist wegweisend für die Weiterentwicklung mechatronischer Sensorsysteme. Es ist Grundlage für die Entwicklung einer Sensorfamilie mediengetrennter Sensoren, die in neue Segmente des Sensormarktes vordringen.

Anhang

A Marktübersicht Drucksensoren

In Ergänzung zu Kapitel 2.

Aufgestielte Drucksensoren

Bauform	Aufgestielte Drucksensoren gemäß Abbildung 2.2		
Hersteller	Aktiv Sensor	First Sensor	BMC Sensor
Typ-Bezeichnung	AT	KPM	357S TO-housing
Nenndruckbereich, Druckart	0,25 bis 100 bar, abs.	1 bis 400 bar, abs.	1 bis 10 bar, abs.
Messunsicherheit	0,5 %FS	1 %FS	1 %FS
typische Messmedien	Luft, inerte Gase, Öle, Benzin, verdünnte Säuren		
Baugröße	2,2 cm ²	2,2 cm ²	2,2 cm ²
Gehäusewerkstoff	Edelstahl	Edelstahl, Kovar	Edelstahl
Ausgangssignal	Messbrücke		
typischer Einsatzort	Maschinenbau, Kfz-technik, Medizintechnik		
typische Kosten (Einzelexemplare)	30,- €	35,- €	25,- €

Verklebte Drucksensoren

Bauform	Verklebte Drucksensoren gemäß Abbildung 2.3		
Hersteller	Aktiv Sensor	Honeywell	Intersema
Typ-Bezeichnung	AL	CPX	MS 5407-AM
Nenndruckbereich, Druckart	0,016 bis 2,5 bar, abs.	1 bis 10 bar, abs.	1 bis 12 bar, abs.
Messunsicherheit	typ. 0,5 %FS	typ. +/-0,25 %FS	0,2 %FS
typische Messmedien	Luft, inerte Gase, Öle, Benzin, verdünnte Säuren		
Baugröße	1,5 cm ²	1,3 cm ²	0,2 cm ²
Gehäusewerkstoff	Keramik, GFK	Keramik, Kunststoff	Keramik, Edelstahl
Ausgangssignal	Messbrücke		

Anhang

typischer Einsatzort	Maschinenbau, Kfz-technik, Medizintechnik		
typische Kosten (Einzelexemplare)	30,- €	40,- €	40,- €

Absolutdrucksensorelement

Bauform	Drucksensorelement gemäß Abbildung 2.4		
Hersteller	Aktiv Sensor	Intersema	
Typ-Bezeichnung	c 29	MS 7212	
Nenndruckbereich, Druckart	1 bis 16 bar, abs.	1 bis 12 bar, abs.	
Messunsicherheit	0,3 %FS	+/- 0,15 %FS	
typische Messmedien	Luft, Öle, Benzin, verdünnte Säuren, Benzin		
Baugröße	5,8 mm ²	4,6 mm ²	
Gehäusewerkstoff	Silizium, Glas	Silizium, Glas	
Ausgangssignal	Messbrücke		
typischer Einsatzort	Kfz-technik		
typische Kosten (Einzelexemplare)	5,- €	7,- €	

Mediengetrennter Relativdrucksensor

Bauform	Mediengetrennter Relativdrucksensor gemäß Abbildung 2.5		
Hersteller	Keller AG	Sensor Technics	Kistler GmbH
Typ-Bezeichnung	10 L	19 U	414 xA
Nenndruckbereich, Druckart	0,2 bis 200 bar, abs.	1 bis 35bar, abs.	1 bis 200 bar, abs.
Messunsicherheit	0,5 %FS	1 %FS	1 %FS
typische Messmedien	beliebig, mit Ausnahme einiger konzentrierter Säuren		
Baugröße	4,25 cm ²	4,25 cm ²	4,25 cm ²
Gehäusewerkstoff	Edelstahl	Edelstahl, Kovar	Edelstahl
Ausgangssignal	Messbrücke		
typischer Einsatzort	Maschinenbau, Prozessmesstechnik		
typische Kosten (Einzelexemplare)	80,- €	65,- €	120,- €

Mediengetrennter Differenzdrucktransmitter

Bauform	Mediengetrennter Differenzdrucktransmitter gemäß Abb. 2.6		
Hersteller	E + H	Jumo	ABB
Typ-Bezeichnung	Deltabar S/PMD 75	dTRANS p02 DEL- TA	265 DS

Nenndruckbereich, Druckart	0,01 bis 40 bar, 630 bar statisch, diff.	0,06 bis 25 bar, 420 bar statisch, diff.	0,04 bis 100 bar, 410 bar statisch, diff.
Messunsicherheit	0,075 %FS	0,1 %FS	0,04 %FS
typische Messmedien	Luft, inerte Gase, Öle, Benzin, verdünnte Säuren		
Baugröße	2500 cm ²	2500 cm ²	1500 cm ²
Gehäusewerkstoff	Edelstahl	Edelstahl	Edelstahl
Ausgangssignal	4 bis 20 mA, Busprotokoll: Hard, Field-Bus,...		
typischer Einsatzort	Prozessmesstechnik		
typische Kosten (Einzelexemplare)	750,-	600,-	700,-

B Ergänzungen zu den Plattengleichungen

B.1 Lösung der Plattengleichung zur Berechnung von Trennmembranen

Aufgrund der Vielzahl an geometrischen Parametern, die in der Plattengleichung berücksichtigt werden, weist die Lösung zwar die Struktur einer kubischen Gleichung auf, beinhaltet aber so viele Parameter, dass die Übersichtlichkeit verloren geht.

Zur Berechnung ist deshalb eine analytische Mathematik-Software wie z. B. Mathematica zu empfehlen. Mit ihr wurden auch die Berechnungen der Plattengleichungen im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt.

Bei den Formelzeichen gibt es in Mathematica gegenüber der offiziellen Notation Abweichungen, da einige Buchstaben bereits mit festen Werten belegt sind und die Indexschreibweise zur Arbeitersparnis aufgegeben wird.

Tabelle A 1: Abweichung der Formelzeichen in Mathematica

offizielle Notation	Mathematica
Elastizitätsmodul E	El
Auslenkung des Membranmittelpunktes y_0	y0
Wert x mit Index y x_y	xy

Lösung der Plattengleichung für konkave Wellmembranen

$$\begin{aligned}
\theta &:= \frac{2H}{R} \\
a &:= \frac{8(-105 + k^2(-15 + \mu) + 71\mu)}{(-25 + k^2)(-9 + k^2)(k - \mu)} \\
b &:= -\frac{(64 - 20k^2 + k^4)\epsilon + 2c\theta(8 + k^2 - 6\mu)}{c(-4 + k^2)\theta(k - \mu)} \\
c &:= \frac{4Y_0}{R} \\
d &:= 2(49 - k^2) \\
e &:= 25 - k^2 \\
f &:= 2(9 - k^2) \\
l &:= 16 - k^2 \\
i &:= 4 - k^2 \\
k_1 &:= 1 \\
k_2 &:= \frac{3Hw^2}{2h^2} + 1 \\
k &:= \sqrt{k_1 k_2} \\
\epsilon &:= \frac{1 - \mu}{k_1 E l} \sigma \\
G_{11} &:= c^3 \left(\frac{1}{14d} - \frac{1}{12e} + \frac{1}{10f} + \frac{a}{(k+7)d} - \frac{1}{6d} + \frac{1}{5e} - \frac{1}{4f} - \frac{2a}{(k+5)d} + \frac{1}{10d} - \frac{1}{8e} + \frac{1}{6f} + \frac{a}{(k+3)d} \right) \\
G_{12} &:= \theta c^2 \left(\frac{1}{12d} - \frac{1}{10e} + \frac{1}{8f} + \frac{a}{(k+5)d} - \frac{1}{10d} + \frac{1}{8e} - \frac{1}{6f} - \frac{a}{(k+3)d} \right) \\
G_{13} &:= \theta c^2 \left(\frac{1}{11l} - \frac{1}{9i} + \frac{b}{(k+7)l} - \frac{2}{9l} + \frac{2}{7i} - \frac{2b}{(k+5)l} + \frac{1}{7l} - \frac{1}{5i} + \frac{b}{(k+3)l} \right) \\
G_{14} &:= c \theta^2 \left(\frac{1}{9l} - \frac{1}{7i} + \frac{b}{(k+5)l} - \frac{1}{7l} + \frac{1}{5i} - \frac{b}{(k+3)l} \right) \\
G_{15} &:= -\frac{2(3+k)(1+k)h^2 c}{3k_1 \left(1 - \frac{\mu^2}{k^2}\right) R^2 96} \\
G_{16} &:= -\frac{pR}{24Elh} \\
G_1 &:= G_{11} + G_{12} + G_{13} + G_{14} + G_{15} == G_{16}
\end{aligned}$$

Lösung der Plattengleichung für konische Wellmembranen

$$\theta := \frac{2H}{R}$$

$$a := \frac{8(-105 + k^2(-15 + \mu) + 71\mu)}{(-25 + k^2)(-9 + k^2)(k - \mu)}$$

$$b := -\frac{(225 - 34k^2 + k^4)\epsilon + 2c\theta(15 + k^2 - 8\mu)}{c(-9 + k^2)\theta(k - \mu)}$$

$$c := \frac{4y_0}{R}$$

$$d := 2(49 - k^2)$$

$$e := 25 - k^2$$

$$f := 2(9 - k^2)$$

$$g := 9 - k^2$$

$$k1 := 1$$

$$k2 := \frac{3Hw^2}{2h^2} + 1$$

$$k := \sqrt{k1 k2}$$

$$\epsilon := \frac{1 - \mu}{k1 E1} \sigma$$

$$G11 := c^3 \left(\frac{1}{14d} - \frac{1}{12e} + \frac{1}{10f} + \frac{a}{(k+7)d} - \frac{1}{6d} + \frac{1}{5e} - \frac{1}{4f} - \frac{2a}{(k+5)d} + \frac{1}{10d} - \frac{1}{8e} + \frac{1}{6f} + \frac{a}{(k+3)d} \right)$$

$$G12 := \theta c^2 \left(\frac{1}{12d} - \frac{1}{10e} + \frac{1}{8f} + \frac{a}{(k+5)d} - \frac{1}{10d} + \frac{1}{8e} - \frac{1}{6f} - \frac{a}{(k+3)d} \right)$$

$$G13 := \theta c^2 \left(\frac{1}{12e} - \frac{1}{10g} + \frac{b}{(k+7)e} - \frac{1}{5e} + \frac{1}{4g} - \frac{2b}{(k+5)e} + \frac{1}{8e} - \frac{1}{6g} + \frac{b}{(k+3)e} \right)$$

$$G14 := c \theta^2 \left(\frac{1}{10e} - \frac{1}{8g} + \frac{b}{(k+5)e} - \frac{1}{8e} + \frac{1}{6g} - \frac{b}{(k+3)e} \right)$$

$$G15 := -\frac{2(3+k)(1+k)h^2c}{3k1\left(1 - \frac{\mu^2}{k^2}\right)R^2 96}$$

$$G16 := -\frac{pR}{24E1h}$$

$$G1 := G11 + G12 + G13 + G14 + G15 == G16$$

B.2 Ablauf der Optimierung von Wellmembranen

Die Optimierung von Wellmembranen basiert auf den Lösungen der Plattengleichungen aus Abschnitt B.1. Es werden zwei Fälle unterschieden: nicht vorgespannte und vorgespannte Wellmembranen.

Die Optimierung beschreibt den Zusammenhang zwischen der Mittelpunktauslenkung der Membran y_0 und dem anliegenden Druck p . Aufgrund der kubischen Gleichungsstruktur muss die Auslenkung y_0 , die in linearer, quadratischer und kubischer Form auftritt, vorgegeben werden. Bei minimalem Druck p ist die Nachgiebigkeit maximal.

Zur Berechnung der akustischen Nachgiebigkeit N_a muss das Schluckvolumen in die Mittelpunktauslenkung y_0 umgerechnet werden.

Optimierung nicht vorgespannter Membranen

Zur Optimierung der akustischen Nachgiebigkeit N_a muss das Schluckvolumen in die Mittelpunktauslenkung y_0 umgerechnet werden, da die Plattengleichungen nur die Plattenmittelpunktauslenkung y_0 beinhalten. Die Umrechnung zwischen Schluckvolumen und Mittelpunktauslenkung erfolgt mit Gleichung A 1:

$$\begin{aligned} a_{eff} &= \frac{A_{eff}}{\pi R^2} \\ y_n &= \frac{y_0}{h} \\ H_{wn} &= \frac{H_w}{h} \\ H_n &= \frac{H}{R} \\ a_{eff} &= \frac{1}{3} (1 + 0,0945 y_n - 0,0041 y_n^2) \\ &\quad (1 + 0,0611 H_{wn} - 0,0011 H_{wn}^2) (1 - 7,147 H_n + 258 H_n^2) \end{aligned}$$

Falls noch nicht alle geometrischen Größen vorliegen, weil sie in der Optimierungsrechnung ermittelt werden sollen, müssen Startwerte wie z.B. 0 angenommen werden. Mit diesen wird dann die Mittelpunktauslenkung aus dem Schluckvolumen berechnet.

Für die Optimierung werden alle bereits vorgegebenen Zahlenwerte in die Plattengleichung eingesetzt und die Gleichung mit Hilfe des Mathematikprogramms entsprechend der zu optimierenden Größe aufgelöst. Weitere Rechenoperationen können, dem Anwendungsfall angepasst, erfolgen. Das Ergebnis dieser Rechnung dient zur Bestimmung der geometrischen Größen, mit denen die effektive Membranfläche als Arbeitspunkt angenähert wird.

Nach erneuter Berechnung der Mittelpunktauslenkung muss die Optimierung der geometrischen Größen wiederholt werden.

Optimierung nicht vorgespannter Membranen

Die Optimierung der akustischen Nachgiebigkeit vorgespannter Membranen ist weitaus aufwändiger als nicht vorgespannter. Sie läuft in folgenden Schritten ab:

Berechnung der Mittelpunktauslenkung aus dem Schluckvolumen

Gleicher Ablauf wie oben.

Berechnen der optimalen Vorspannung und Konustiefe

Zum Abheben der Membran vom Membranbett ist ein Zusammenspiel von Konustiefe H und Zugspannungen T notwendig, das von der Wellenhöhe H_W mitbestimmt wird. Deshalb wird die Konustiefe H so berechnet, dass bei minimaler Vorspannung T_{vor} die gewünschte Auslenkung der Membran in Ruhelage y_{00} erzielt wird. Konustiefe H und Vorspannung T_{vor} sind abhängig von der Wellenhöhe H_W .

Eine der Grundgleichungen aus 11.3 wird nach der Vorspannung T_{vor} aufgelöst.

Durch Ableitung wird das Minimum der Vorspannung T_{vor} gefunden.

Diese Gleichung wird nach der Konustiefe H hin aufgelöst. Damit ist der Wert der optimalen Konustiefe in Abhängigkeit der Wellenhöhe H_W bestimmt.

Aus der nichtabgeleiteten Gleichung von T_{vor} wird der Minimalwert der Vorspannung T_{vor} durch Einsetzen der optimalen Konustiefe in Abhängigkeit der Wellenhöhe H_W berechnet.

Optimieren der Wellenhöhe

Die Wellenhöhe H_W wird optimiert, indem die Werte der Konustiefe H und der Vorspannung T_{vor} in der Grundgleichung aus B. 1 durch die Ausdrücke für die optimale Konustiefe H und Vorspannung T_{vor} ersetzt werden. Konustiefe und Vorspannung sind damit Funktionen der Wellenhöhe H_W . Die weitere Optimierung erfolgt analog.

Berechnen der Konustiefe und Vorspannung

Mit dem Wert der optimalen Wellenhöhe H_W können Zahlenwerte für die entsprechende Konustiefe H und Vorspannung T_{vor} berechnet werden.

Berechnung der Mittelpunktauslenkung aus dem Schluckvolumen

Mit den geometrischen Werten der Konustiefe und Wellenhöhe wird ein Arbeitspunkt für die effektive Membranfläche berechnet, der die anfänglich getroffene Annahme den realen Verhältnissen anpasst. Auf Basis dieses Wertes der Mittelpunktauslenkung y_0 muss die Optimierung der Wellenhöhe und Berechnung der Konustiefe und Vorspannung wiederholt werden.

Anschließende Berechnungen

Nach erneuter Bestimmung aller geometrischen Größen können weitere anwendungsfallspezifische Betrachtungen folgen:

- Berechnung des Linearitätsfehlers des Auslenkungsverhaltens,
- Überprüfung auf Instabilitäten und Hysteresen,
- Abschätzung der Auswirkung von Fertigungstoleranzen.

B.3 Beschreibung von Membranen durch das Netzwerkmodell

Neben der Beschreibung des Verhaltens von Membranen durch direkt abgeleitete Gleichungen, durch FEM-Simulation ist eine Beschreibung mit Hilfe der Netzwerktheorie möglich. Die Modellbildung mit konzentrierten Parametern ermöglicht eine schnelle Abschätzung des dynamischen Verhaltens. Eine Darstellung mit konzentrierten Parametern ermöglicht eine exakte Beschreibung des dynamischen Verhaltens und eine Berechnung des quasistationären Verhaltens.

Der Formalismus des Netzwerkmodells begünstigt durch transformatorische und gyratorische Wandler ein Umrechnen zwischen akustischen, mechanischen und elektrischen Teilsystemen.

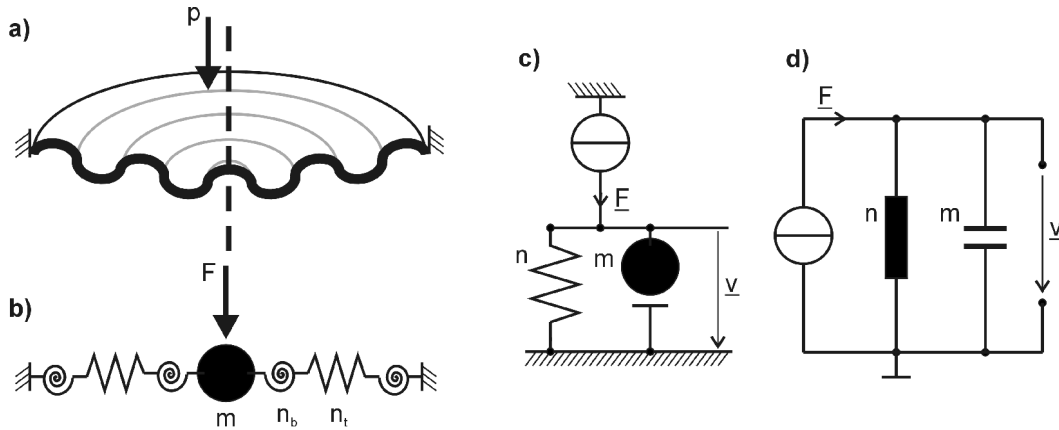
Bei der Beschreibung des statischen Verhaltens der Trennmembran spielen die akustischen und elektrischen Teilsysteme des Drucksensors eine untergeordnete Rolle. Der Vorzug des Netzwerkmodells, über die Grenzen verschiedenartige Teilsysteme hinweg verknüpfen zu können, kann deshalb nicht genutzt werden. Die Entwicklung eines Modells mit verteilten Parametern zur Beschreibung des Membranverhaltens ist möglich [Les04]. Durch einen Grenzübergang lassen sich analytische Gleichungen ableiten. Weitere Aussagen als die in den analytischen Gleichungen, die auf den Modellen von ANDREEVA und FEODOSEV basieren, sind nicht zu erwarten.

Das Netzwerkmodell wird durch eine Darstellung mit konzentrierten Parametern zur Abschätzung des dynamischen Membranverhaltens genutzt.

Abschätzung des Membranverhaltens mit konzentrierten Parametern

Das dynamische Membranverhalten wird nicht im Zusammenhang mit den anderen Komponenten des Sensors betrachtet. Bei Betrachtung der Masse der Membran gegenüber der Masse der Silikonölfüllung wird deutlich, dass die Membran einen untergeordneten Einfluss hat. Ziel ist es, die Resonanzfrequenz der Membran zu berechnen. Wegen der geringen Masse wird sie in einem gegenüber den anderen Bauelementen des Sensors hohen Frequenzbereich vermutet.

Abbildung A 1 zeigt die Vereinfachung der Trennmembran bei der Modellbildung mit konzentrierten Parametern. Der Einfluss der inneren Reibung wird vernachlässigt.



Abbildung_A 1: Entwicklung des Netzwerkmodells: a) Skizze der Membran, b) Konzentration der Parameter, c) Konzentration der Nachgiebigkeit, d) Netzwerkmodell

Die Masse der Membran schwingt nicht vollständig mit. Die Auslenkung ist in der Membranzmitte am größten und nimmt zu den Rändern hin ab. Die konzentrierte Membranmasse berechnet sich aus der aktiven Membranfläche.

$$m = \rho h \pi R^2 a_{\text{eff}} \quad (\text{A.2})$$

Die Nachgiebigkeit n der Membran wird aus den analytischen Gleichungen 4.13 bestimmt. Es muss die Umrechnung von der Druckbelastung auf die Belastung durch eine Kraft erfolgen. Gleichung (A.2) beschreibt die Umrechnung mit Hilfe der aktiven Membranfläche.

$$n_p = \frac{y_0}{p} \quad n_F = \frac{y_0}{F} = \frac{y_0}{p A_{\text{eff}}} = \frac{y_0}{p \pi R^2 a_{\text{eff}}} \quad (\text{A.3})$$

Die Resonanzfrequenz der Membran, die sich aus dem elektrischen Ersatzschaltbild ergibt, berechnet sich zu

$$f_0 = \frac{\omega_0}{2\pi} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{mn} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\rho h \frac{y_0}{p}} \quad (\text{A.4})$$

C Ergänzungen zur Galvanik

In den folgenden Abschnitten sind ergänzende Informationen zu Kapitel 6 des Hauptteils dargestellt.

C.1 Industriell genutzte Nickelelektrolyte

Die in Tabelle A 2 aufgeführten Nickelsalze bilden die Grundchemikalien für die gebräuchlichsten und in dieser Arbeit verwendeten Nickelelektrolyte:

Tabelle_A 2: Übersicht der nickelhaltigen Metallsalze

Metallsalz	Nickelsulfat (Nickelvitriol)	Nickelchlorid	Nickelsulfamat	Nickelcarbonat
chemische Formel	NiSO_4	NiCl_2	$\text{Ni}(\text{SO}_4(\text{NH}_4))_2\text{SO}_4$	NiCO_3
handelsübliche Formen	$\text{NiSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ <i>Nickelsulfat-Heptahydrat</i> , $\text{NiSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ <i>Nickelsulfat-Hexahydrat</i>	$\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ <i>Nickelchlorid-Hexahydrat</i>	$\text{Ni}(\text{SO}_4(\text{NH}_4))_2\text{SO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ <i>Nickelsulfamat-Butahydrat</i>	NiCO_3 <i>Nickelcarbonat</i>
Metallgehalt	20,9 %, 22,3 %	24,7 %	18 %	49,4 %
Wassergehalt				0 %
Säure	Schwefelsäure	Salzsäure	Amidoschwefelsäure	Kohlensäure

Die aus diesen Salzen hergestellten Nickelelektrolyte werden nach dem wesentlichen Bestandteil bezeichnet. Neben den Nickelsalzen ist Borsäure H_3BO_3 als Puffersubstanz ein wichtiger Bestandteil der Nickelelektrolyte. Sie verhindert einen Anstieg des pH-Wertes bei der Redoxreaktion der Metallionen an der Kathode.

Sulfatelektrolyte

Sulfatelektrolyte sind die am weitesten verbreiteten Nickelbäder. Bei einem hohen Anteil an Nickelsalzen spricht man von einem Watts'schen Elektrolyten. Insbesondere bei einer hohen Konzentration an Leitsalzen kommt diese Elektrolyt auch bei Verfahren der Galvanoformung zum Einsatz. Typische Zusammensetzungen des Bades, Arbeitsparameter bei der galvanischen Abscheidung und Schichteigenschaften sind Tabelle A 3 zu entnehmen [Jel97], [Win71].

Tabelle A 3: Kenngrößen von Nickelsulfatelektrolyten

Badbestandteile	Abscheidungsbedingungen	Eigenschaften der Niederschläge
Nickelsulfat 240 bis 300 g/l	Temperatur 45 bis 60 °C	Zugspannungen 120 bis 130 N/mm ²
Nickelchlorid 35 bis 55 g/l	pH-Wert 1,5 bis 4,0	Bruchdehnung 20 bis 30 %
Borsäure 30 bis 45 g/l	Stromdichte 10 bis 100 mA/cm ²	Vickeshärte ca. 1500 N/mm ²

Chloridelektrolyte

Chloridelektrolyte sind für die Abscheidung dicker Nickelschichten wie beim Galvanoformen ungeeignet. Ihre hohe Aggressivität macht aufwändige Abscheidungsrichtungen notwendig und schränkt die Anzahl der verwendbaren Substratmaterialien ein. Vorteil des aggressiven Verhaltes ist allerdings die Eigenschaft, dass auf dem Substratmaterial vorhandene Oxidschichten aufgebrochen werden und damit eine gut haftende Nickelschicht abgeschieden werden kann. Typische Zusammensetzungen des Bades, Arbeitsparameter bei der galvanischen Abscheidung und Schichteigenschaften sind Tabelle A 4 zu entnehmen [Jel97]:

Tabelle A 4: Kenngrößen von Nickelchloridelektrolyten

Badbestandteile	Abscheidungsbedingungen	Eigenschaften der Niederschläge
Nickelchlorid 200 bis 240 g/l	Temperatur 40 bis 70 °C	Zugspannungen um 280 N/mm ²
Nickelsulfat 0 bis 100 g/l	pH-Wert um 1	Bruchdehnung %
Borsäure 30 bis 50 g/l	Stromdichte 30 bis 150 mA/cm ²	Vickeshärte ca. N/mm ²

Sulfamatelektrolyte

Besonders bei der Galvanoformung und LIGA-Technik spielen Nickelsulfamate eine besondere Rolle. Durch die gute Lösbarkeit der Metallsalze lassen sich besonders hoch konzentrierte Bäder herstellen, die eine galvanische Abscheidung dicker Schichten mit hoher Stromdichte und geringen inneren Spannungen ermöglichen. Besonders empfindlich reagieren Nickelsulfamatbäder auf Verunreinigungen, die entweder in den Ausgangssubstanzen beinhaltet sind oder durch die zu beschichtenden Werkstücke eingetragen werden. Typische Zusammensetzungen des Bades, Arbeitsparameter bei der galvanischen Abscheidung und Schichteigenschaften sind Tabelle A 5 zu entnehmen [Jel97],[Win71]:

Tabelle A 5: Kenngrößen von Nickelsulfamatelektrolyten

Badbestandteile	Abscheidungsbedingungen	Eigenschaften der Niederschläge
Nickelsulfamat 200 bis 600 g/l	Temperatur 25 bis 60 °C	Zugspannungen 10 bis 60 N/mm ²
Nickelchlorid 0 bis 30 g/l	pH-Wert um 3,5 bis 4,5	Bruchdehnung 3 bis 30 %

Badbestandteile	Abscheidungsbedingungen	Eigenschaften der Niederschläge
Borsäure 30 bis 45 g/l	Stromdichte 10 bis 320 mA/cm ²	Vickershärte ca. 260 N/mm ²

Nickelfluoboratelektrolyte

Nickelfluoboratelektrolyte weisen eine hohe Konzentration von Metallionen (120 g/l) auf. Allerdings ist die Lösung hoch korrosiv, so dass bei der Nutzung von Nickelfluoboratlösungen ein hoher gerätetechnischer Aufwand betrieben werden muss [Jel97].

Wasserfreie Elektrolyte

Es ist möglich Nickel auch aus wasserfreien Elektrolyten abzuscheiden. Wegen des hohen Aufwandes an Chemikalien und Geräten kommen diese Elektrolyte allerdings nur in Sonderanwendungen in der Mikrosystemtechnik zum Einsatz [Kar00].

Bäder zur Abscheidung von Nickellegierungen

Die galvanischen Legierungsabscheidung von Nickel ist in Verbindung von ca. 20 anderen Metallen möglich und wird mindestens in Verbindung mit 10 Metallen industriell angewendet [Kan00]. Im Rahmen dieser Arbeit liegt das Interesse im Besonderen auf binären Chrom-Nickel-Legierungen und auf ternären Chrom-Nickel-Eisen Legierungen. In Abbildung A 2 sind die verschiedenen Badtypen dargestellt. Auf eine Betrachtung der Chrom-(VI)-Bäder wird verzichtet, da ihre Giftigkeit die Anwendung sehr aufwändig macht.

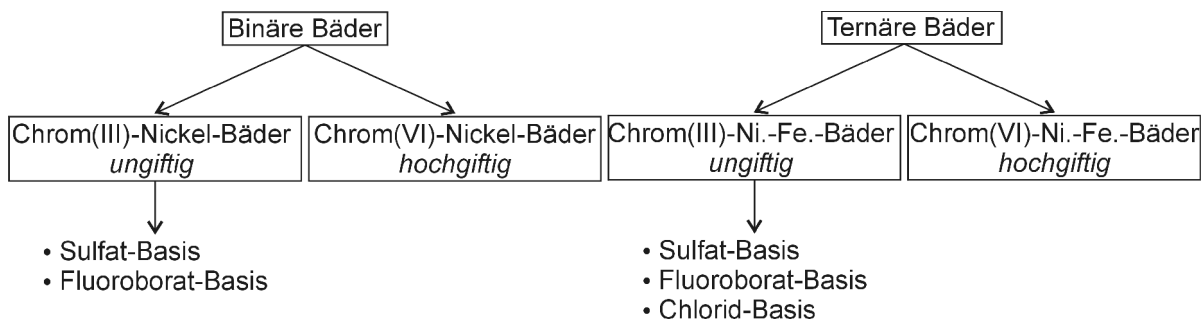


Abbildung A 2: Binäre und ternäre Sulfatbäder

Die binären und ternären Sulfatbäder weisen die Vorteile reiner Nickelsulfatbäder auf:

- kostengünstige Grundchemikalien
- hohe Konzentration an Metallsalzen
- Eignung zur Galvanoformung
- einfache Handhabung

Tabelle A 2 stellt typische Rezepturen für Bäder zur Legierungsabscheidung auf Sulfatbasis dar.

Tabelle_A 6: Rezepturen für binäre und ternäre Sulfatbäder

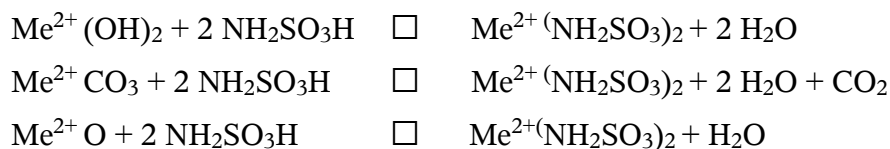
binäres Sulfatbad		ternäres Sulfatbad	
Badbestandteile	Konzentration	Badbestandteile	Konzentration
Chrom(III)sulfat	157 g/l	Chrom(III)sulfat	265 g/l
Nickel(II)sulfat	225 g/l	Nickel(II)sulfat	112 g/l
Nickel(II)chlorid	24 g/l	Eisen(II)sulfat	56 g/l
Harnstoff	180 g/l	Harnstoff	180 g/l
Borsäure	20 g/l	Borsäure	25 g/l

C.2 Der Nickelsulfamatelektrolyt

Nickelsulfamatelektrolyte setzen sich aus folgenden Bestandteilen zusammen:

Nickelsulfamat

Nickelsulfamat besteht aus Nickel und Amidoschwefelsäure. Dabei löst eine wässrige Lösung der Amidoschwefelsäure zweiwertiges Nickel in Form von Nickelhydroxid, -carbonat und -oxid auf.



Bei der Herstellung der Nickelsulfamatlösung ist von Vorteil, dass das Nickelsulfamat wesentlich besser wasserlöslich ist als Nickelsulfat.

Bei Temperaturen von über 70 °C und pH-Werten < 3 tritt eine Hydrolyse der gelösten Sulfationen zu Ammoniumionen und Sulfationen auf. Das Ammonium verschlechtert die Eigenschaften des Nickelniederschlags.

Der Gehalt von Nickelsulfamat in den Badansätzen liegt zwischen 250 g/l und 600 g/l. Bäder mit einem Nickelsulfamatgehalt bis 450 g/l werden als gewöhnliche, Bäder mit einem größeren Nickelsulfamatgehalt als konzentrierte Nickelsulfamatbäder bezeichnet [Jel97], [Har88], [Ham64].

Nickelchlorid

Die Aufgabe von Nickelchlorid in Sulfamatbäder besteht darin, die Anode zu aktivieren so dass der kathodische und der anodische Wirkungsgrad möglichst gleich sind. Ein zu geringer anodischer Wirkungsgrad führt dazu, dass das galvanische Bad an Metallionen verarmt und Ne-

benreaktionen zu einer Verunreinigung des Bades führen. Deshalb ist die Zugabe von Nickelchlorid oft in Verbindung mit der Löslichkeit des ausgewählten Anodenmaterials zu sehen. Große Mengen von Nickelchlorid in der Badrezeptur führen immer zu einer Zunahme der inneren Zugspannungen der abgeschiedenen Nickelschicht [Kra98].

Ab einer Konzentration von 3,3 g/l ist eine Verbesserung der Anodenlöslichkeit zu beobachten. Manche Badrezepturen setzen bis zu 30 g/l Nickelchlorid dem Sulfamatbad zu [Ham64], [Har88].

Borsäure

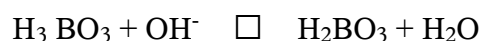
Borsäure dient als Puffersubstanz bei der galvanischen Abscheidung. Sie stabilisiert den pH-Wert in der Reaktionsschicht der Kathode. Tabelle A 7 zeigt die Stoffcharakteristik.

Tabelle_A 7: Stoffcharakteristik von Borsäure

Summenformel	H ₃ -B-O ₃
Molukulargewicht	61,83 g/mol
spez. Gewicht	1,435 g/cm ³
Schmelzpunkt	169 °C (Zersetzung)
Löslichkeit	300 g/l
pH-Wert	3,7 (46,5 g/l, 20 °C)

Bei der Elektrolyse von Nickelsalzen, die als Nebenreaktionen an der Kathode abläuft, werden OH⁻ Ionen freigesetzt, die zu einem Anstieg des pH-Wertes, insbesondere in der Diffusionsschicht, führen. Die hohe Konzentration von OH⁻ Ionen führt zur Bildung von Nickelhydroxidionen (NiOH⁺), die nach weiterem Entzug von H⁺ Ionen als festes Nickelhydroxid und basisches Salz (z. B.: 9 Ni(OH₂) + Ni(NH₂SO₃)₂) ausfallen.

Die Einlagerung dieser Feststoffe in die galvanisch abgeschiedene Metallschicht führt zu Störungen, die sich in Form von Versprödungen und Verbrennungen zeigen. Um dies zu verhindern, dient Borsäure als Puffer des Nickelsulfamatbades, das die OH⁻ - Ionen abfängt:



Das Puffermaximum von Borsäure liegt bei pH = 9,22, eine signifikante Pufferwirkung kann für pH > 6 nachgewiesen werden. In der speziellen Anwendung im galvanischen Bad wird die Pufferwirkung durch folgende spezifische Reaktionen in Richtung niedriger pH-Werte verschoben:

- Durch die hohe Konzentration von Borsäure bilden sich Polyborsäuren (z. B. Tetrabor-säure).

- Durch Wechselwirkung mit dem Nickelsalz (Neutralsalzeffekt) erhöht sich die Säurestärke der Borsäure.

Für pH-Werte > 4 ist die Pufferung durch Borsäure ausreichend, zumal sich an der Kathode als Quelle der Hydroxid-Ionen regional ein höherer pH-Wert einstellt, der die Wirksamkeit von Borsäure als Puffersubstanz erhöht.

Typische Borsäurekonzentrationen liegen bei 20 bis 50 g/l.

Sollten bei galvanischen Bädern mit $\text{pH} < 4,5$ trotz hoher Konzentration von Borsäure bei hohen Stromdichten Versprödungen und Verbrennungen auftreten, so kann die Pufferwirkung durch Zugabe von Natriumfluorid verbessert werden [Ham64], [Jel97], [Har88], [Tsu02].

Netzmittel

Aufgabe der Netzmittel ist es, die Oberflächenspannung des Bades zu reduzieren und so die Benetzung der Kathode zu verbessern um die Ablösung von Gasblasen zu erleichtern. Die mechanischen Eigenschaften der abgeschiedenen Nickelschicht werden nur in vernachlässigbarem Umfang beeinflusst.

Netzmittel, die auch als Tenside bezeichnet werden, bestehen aus einem hydrophilen Teil, der zum Wasser des galvanischen Bades hin ausgerichtet ist, und einem hydrophoben Teil, der zum Werkstück hin orientiert ist. Folgende Substanzen kommen als Netzmittel in reiner Form oder als Mischung zum Einsatz: Seifen, Alkoholsulfate, Alkylsulfonate sowie Schwefelsäure- und Phosphorester höherer Alkohole.

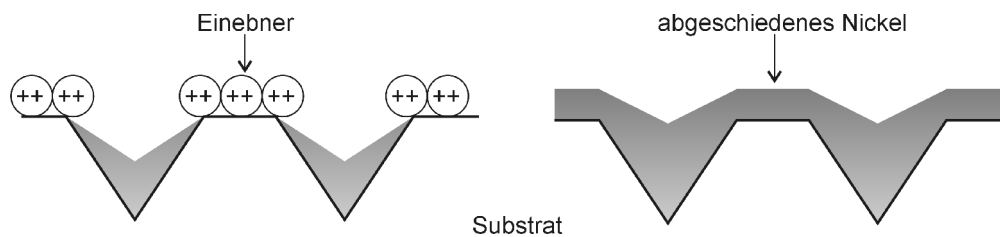
Bei Nickelsulfamatbädern, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht werden, kommt ein Netzmittel der Firma Surtek mit dem Handelsnamen $\mu\text{Chem 410/1}$ zu Einsatz. Es beinhaltet Tenside und Alkoholsulfate (Tetraethylammoniumperfluoroktansulfonat).

Bei falscher Auswahl von Netzmitteln kann es zu erheblichen Störungen in der galvanisch abgeschiedenen Schicht kommen [Har88], [Jel97], [Kan00], [Tsu05].

Glanzbildner

Der Eindruck einer glänzenden Schicht wird durch Verringerung der Kristallitgröße auf unter $0,3 \mu\text{m}^2$ erreicht, die damit unter der Wellenlänge des reflektierten sichtbaren Lichtes liegt, so dass keine diffuse Reflexion stattfindet. Deshalb müssen die Glanzbildner in den Kristallisationsprozess in der Grenzschicht zwischen Bad und Kathode eingreifen. Eine Wechselwirkung mit der bei der galvanischen Abscheidung eingesetzten Stromdichte und Stromform, Gleichstrom oder Pulse-Plating, muss ebenfalls berücksichtigt werden. Deshalb ist eine Modellbildung und exakte Vorhersage der Wirkung von Glanzbildnern auf die abgeschiedene Nickelschicht nicht möglich und muss durch Experimente ermittelt werden, wobei Erfahrungswerte als Grundlage dienen.

Abbildung A 3 zeigt das Prinzip der Einebnung. Bei der Nickelabscheidung mit Glanzbildnern kommt es zu einer stellenweisen Blockade der Kathode, was zu einer messbaren Erhöhung des Kathodenpotentials führt. Durch diese Erhöhung des Kathodenpotentials wird die Bildung neuer Keime bei der Kristallisation begünstigt, so dass sich relativ kleine Kristallite ausbilden [Bru84]. Sobald die Blockade der Kathode bevorzugt an Stellen mit höherer Felddichte stattfindet, tritt eine Einebnung ein, da bevorzugt in den Vertiefungen Nickel abgeschieden wird. Dieser Effekt lässt sich zur Verbesserung von Oberflächen und zum Verschluss von Poren (z.B. eines Netzes aus 100 µm dickem Draht) gezielt ausnutzen [Jel97], [Kan00], [Det63], [Bar94].



Abbildung_A 3: Wirkungsweise von Einebnern

Glanzbildner werden in zwei Gruppen eingeteilt: Glanzträger (engl.:Carrier), die auch als primäre Glanzmittel oder Glanzmittel erster Klasse bezeichnet werden und Glanzzusätze (engl. Brightener), die auch als sekundäre Glanzmittel oder Glanzmittel zweiter Klasse bezeichnet werden. In TabelleA 8 werden die gebräuchlichsten Glanzbildner für Nickelelektrolyte beschrieben [Jel97]:

Tabelle_A 8: Eigenschaften von Halbglanz- und Hochglanznickelelektrolyte

	Halbglanznickelelektrolyte	Hochglanznickelelektrolyte
Glanzträger	Sulfonimide, Sulfonamide, Benzolsulfonsäuren, Naphthalinsulfonsäure	wie Halbglanznickelelektrolyt
Glanzzusätze	keine	Ethylen-, Acetylenverbindungen, stickstoffhaltige Heterocyclen
Kathodenpotential	15 bis 45 mV; ab bestimmter Konzentration kein weiterer Anstieg	über 30 mV; konzentrationsabhängig
innere Spannungen	geringe Zug- und Druckspan- nungen < 10 N/mm ²	große Zugspannungen
Einsatz	dekorative Oberflächen, funktionale Schichten,	dekorative Oberflächen

Einebnung (Cumarin, Butindiol)

C.3 Anodenmaterial für Nickelsulfamatelektrolyte

Tabelle A 9 gibt einen Überblick über die wichtigsten Anodenmaterialien, ihre Darreichungsform und ihre Eignung aufgelistet [Jel97], [Har88],[Bru84], [Inc06].

Tabelle A 9: Anodenmaterialien für galvanische Nickelbäder

Name	Reinnickel	depolarisiertes Nickel	schwefeldepolarisiertes Nickel
DIN, Werkstoffnummer	DIN 1702, 2.4036	DIN 1702, 2.4042	DIN 1702, 2.4038
Legierung, Zusammensetzung	99,7 % Ni, Verunreinigungen	Reinnickel mit Einbau von Carbonylgruppen zur Erhöhung der Löslichkeit	Reinnickel mit Einbau von Schwefel zur Erhöhung der Löslichkeit
Darreichungsform	überwiegend Platten, selten Schüttgut	vorwiegend Schüttgut	vorwiegend Schüttgut
Eignung	aggressive Nickelbäder (Chloridbäder), in Nickelsulfamatbädern ist die Zugabe von Nickelchlorid notwendig	Nickelsulfatbäder, Nickelsulfamatbäder unter Zugabe von Nickelchlorid	Nickelsulfamatbäder gute Löslichkeit auch ohne Zugabe von Nickelchlorid bis 200mA/cm ²

C.4 Ansatz von Nickelsulfamatelektrolyten

Vor dem Ansatz der Chemiekalien ist eine gründliche Reinigung der galvanischen Anlage mit verdünnter Schwefelsäure notwendig, da insbesondere organische Rückstände von Ölen und Fetten zu einer erheblichen Störung der galvanischen Prozesse führen.

Beim Badansatz werden zuerst die Nickelsalze und die Borsäure in deionisiertem Wasser gelöst.

Die Regulierung des pH-Wertes bei Nickelsulfamatbädern erfolgt über die Zugabe von Amidoschwefelsäure, der Grundsäure des Nickelsulfamats, zur Senkung des pH-Wertes und durch Nickelkarbonat zur Anhebung. Nickelkarbonat reagiert mit der OH- Gruppe der Säure zu Wasser, Nickel, Kohlendioxid und Sauerstoff.



Nach dem Ansatz der Chemiekalien empfiehlt es sich das zusatzfreie Nickelbad zu altern, indem mit einer Stromdichte von 40 bis 50 mA/cm² abgeschieden wird, bis eine Ladungsmenge von 30 Ah/l Bad erreicht ist. Kommerziell erhältliche Bäder sind in vielen Fällen bereits vorge-

altert. Durch selektive Abscheidungen mit geringen Stromdichten werden organische Verunreinigungen (0,1 bis 0,5 mA/cm²) und Fremdmetalle (0,1 bis 0,5 mA/cm²) aus dem Bad entfernt. Eine Überwachung der Konzentration der Badbestandteile durch Titration, die sich z.B. durch ein falsches Anodenmaterial, das zu einer Verarmung an Nickel führt, verändert, ist notwendig. Die während dieser Zeit entstandenen galvanisch abgeschiedenen Nickelschichten lassen sich auf ihre mechanischen Eigenschaften und die Art des Kristallwachstums hin untersuchen und mit Literatur- und Erfahrungswerten vergleichen. Eventuell ist eine Zugabe von Netzmittel notwendig, um eine zu große Porenbildung bei den Niederschlägen zu verhindern [Ham64].

Weitere Badzusätze wie Glanzbildner werden nach der Vorbehandlung des Bades unter permanenter Kontrolle des Abscheidungsergebnisses zugegeben. Dabei ist es wichtig, nicht überzudosieren, da eine Zugabe von Chemikalien zu einem späteren Zeitpunkt immer möglich ist, ein gezieltes entfernen von Chemikalien nur unter größtem Aufwand durchführbar ist.

C.5 Nickelsulfamateelektrolyt im Prozess

Während des Betriebs von Nickelsulfamatbädern müssen folgende Arbeitsbedingungen eingehalten werden [Jel97],[Ham64], [Bar94]:

- Temperatur: 30 °C bis 60 °C
- pH-Werte: 3,0 bis 5,0

Darüber hinaus sind folgende Maßnahmen zur erfolgreichen galvanischen Abscheidung von Nickel notwendig und folgende Auffälligkeiten bei Nickelsulfamatelektrolyten zu beobachten.

Regulation des pH-Wertes

Beim Betrieb von Nickelsulfamatelektrolyten ist die permanente Nachdosierung von Amidoschwefelsäure zur Verhinderung eines Anstiegs des pH-Wertes besonders auffällig. Der Anstieg des pH-Wertes wird durch Anodenkorrosion insbesondere bei der Verwendung von s-depolarisiertem Nickel und durch kathodische Protonenentladung bei der Metallabscheidung verursacht [Har88].

Eine automatisierte Regelung des pH-Wertes ist deswegen vorteilhaft.

Zersetzung des Nickelsulfamatelektrolyten

Extreme Badbedingungen wie niedrige pH-Werte kleiner 3 und hohe Temperaturen größer 70 °C führen wie in [Ham64], [Bru84] beschrieben zu einer Zersetzung des Nickelsulfamats und zur Bildung von Ammonium, das die Nickelniederschläge verspröden lässt und sich in der praktischen Anwendung nicht aus dem Bad entfernen lässt, da der Aufwand zu groß ist [Bru84].

Aussehen der Anode

An der Anode bildet sich graubrauner Anodenschlamm, der den Einsatz von Anodenbeuteln notwendig macht. Auch wenn das Aussehen der Anode im ersten Eindruck besorgniserregend ist, so sind blanke, glänzende Anoden ein sicheres Anzeichen für eine Störung im galvanischen Prozess [Jel97], [Har88].

Binden von Chemiekalien in der Anlage

Vor allem Kunststoffwerkstoffe wie Polypropylen und Polyethylen, die im Bau von galvanischen Anlagen häufig zum Einsatz kommen, neigen zur Bindung von bestimmten Chemiekalien, insbesondere Tensiden. Bei neuen Galvanikanlagen ist deshalb der Gehalt an Netzmittel und anderen Badzusätzen anfangs besonders häufig zu überwachen sind und die Chemiekalien entsprechend nachzudosieren, bis die Oberflächen der Anlage gesättigt sind.

Bestimmung der Badzusammensetzung durch Titration

Während des laufenden Betriebs verändert sich die Zusammensetzung des Nickelsulfamatelektrolyten. Es kommt wegen des Unterschieds zwischen dem anodischen und kathodischen Wirkungsgrad zu Veränderungen der Nickelkonzentration. Als Zersetzungsprodukt des Nickelsulfamats entsteht Ammonium. Die Konzentration von Borsäure, Sulfamat und Chlorid bleibt weitgehend konstant.

Zur schnellen und ausreichend genauen Bestimmung der Badzusammensetzung wird eine Titration mit Farbumschlag durchgeführt. Dabei reagiert eine definierte Menge eines Stoffes mit der Probe. Aufgrund der Gesetzmäßigkeiten der Reaktion kann aus der Menge der zugegebenen Chemiekalien auf die Konzentration in der Probe geschlossen werden. Für eine gesicherte Aussage sollten mindestens drei Proben parallel titriert werden.

Tabelle A 10 nennt die Badbestandteile, die im Rahmen der Untersuchungen des galvanischen Bades durch Titration bestimmt wurden [Jel99], [Bru84].

Tabelle A 10: Untersuchung der Badbestandteile durch Titration

Badbestandteil	Indikator	Titriermittel
Nickel	Murexid	EDTA (Triplex)
Borsäure	Bromkresolpurpurlösung	Natriumnitrit
Amidosulfonsäure	Kaliumpermanganat	Natriumnitrit
Chlorid	Kaliumchromat	Silbernitrat

Bei der Titration eines Sulfamatbades im Rahmen dieser Arbeit wird ein signifikanter Anstieg der Nickelkonzentration festgestellt. Ursache ist der Unterschied im anodischen und katho-

dischen Wirkungsgrad sowie einer Selbstauflösung des schwefeldepolarisierten Nickels der Anode.

Die Konzentration an Netzmittel kann mit Hilfe der Blasendruckmethode zur dynamischen Oberflächenspannungsmessung bestimmt werden.

C.6 Arten von Keimen und Keimwachstum

Zu der Entstehung von Keimen müssen die Metallionen durch die Doppelschicht hindurchtreten und mit dem Kristallgitter der Kathode in Berührung kommen. Dabei ist es nicht notwendig, dass die Hydrathülle vollständig abgestreift wird. Ecken und Stufen stellen günstige Wachstumsstellen dar, die eine Anlagerung noch mit teilweise vorhandener Hydrathülle ermöglichen. Abhängig von der Kristallisationsüberspannung bilden sich verschiedene Typen von Keimen und Kristallschichten aus [Fri02], [Kan00].

Nulldimensionale Keime

Die Anlagerung einzelner Atome an die Kathodenoberfläche erfordert die geringste Keimbildungsarbeit und wird als nulldimensionale Keimbildung beschrieben.

Eindimensionale Keime – feldorientierter Isolationstyp

Die Anlagerung an monoatomaren Stufen der Kathodenoberfläche erfordert mehr Keimbildungsarbeit als die Entstehung nulldimensionaler Kristallkeime. Das Kristallwachstum ist an den Feldlinien orientiert und führt zur Bildung isolierter Kristallite, die für technische Anwendungen unerwünscht sind. Die Kristallisationsüberspannung liegt im Bereich von 0 bis 10 mV.

Zweidimensionale Keime – basisorientierter Reproduktionstyp

Zweidimensionale Keime stehen in einem engen Orientierungszusammenhang zur Kristallgitterstruktur der Kathode. Diese Epitaxie ist besonders ausgeprägt, sobald die Kathode und das Material der abgeschiedenen Schicht einen gleichen oder ähnlichen Kristalltyp besitzen. Die benötigte Keimbildungsarbeit ist größer als bei eindimensionalen Keimen. Das Kristallwachstum vollzieht sich senkrecht zur Wachstumsebene und wird durch den langsamsten Vorgang, die zweidimensionale Keimbildung bestimmt. Die aufwachsenden Schichten setzen die Kristallite der vorhandenen Kathode fort und weisen einen groben, kompakten Aufbau auf. Die Kristallisationsüberspannung liegt im Bereich von 10 bis 100 mV. Diese Form der Schichtentstehung liegt in den meisten Fällen technisch angewendeter Galvanik vor.

Dreidimensionale Keime – feldorientierte Texturtypen

Die sich anlagernden Atome bilden einen eigenständigen Kristallverband. Eine strukturierte Oberfläche der Anode und Baufehler im Kristallgitter haben großen Einfluss auf die Orientierung dieser Kristallkeime, so dass unter günstigen Bedingungen eine epitaktische Abschei-

dungen erzielt werden können. Die benötigte Kristallbildungsarbeit ist größer als für zweidimensionale Keime. Das Kristallwachs zum vollzieht sich in Fasern entlang der Feldlinien. Eingelagerte Fremdstoffe führen zu einer Störung und zu Eigenspannungen dieses Aufbaus. Deshalb ist sein technischer Einsatz nur sehr eingeschränkt möglich und stellt hohe Anforderungen an die Reinheit des Prozesses. Die Kristallisationsüberspannung liegt im Bereich von 100 bis 150 mV.

Unorientierte Dispersionstypen

Bei höheren Überspannungen entstehen wegen der hohen Kristallisationsgeschwindigkeit kleine regellos orientierte Kristallite ohne Korncharakter. Bei diesem Typ der Kristallbildung ist eine Einlagerung von Fremdatomen problemlos möglich und wird auch technisch genutzt.

C.7 Messverfahren zur Bestimmung von Eigenspannungen in galvanisch abgeschiedenen Metallschichten

Bei der Auswahl der Untersuchungsmethoden liegt das besondere Augenmerk darauf, dass die Abscheidung zur Messung unter möglichst den gleichen Bedingungen durchgeführt wird wie die Herstellung der Trennmembran, damit die Ergebnisse übertragbar sind. In Tabelle A 11 sind die wichtigsten Anforderungen an das Messverfahren zusammengefasst.

Tabelle A 11: Anforderungen an ein Messverfahren zur Bestimmung der Eigenspannungen

Anlage	Becherglas, Mikrosystemtechnik
Kathode	feststehend, Rotationskathode
Abmessungen	Größenordnung 10 mm
Substrat	Chrom-Nickel-Stahl (Rauigkeit)
Schichtstärke	20 µm
galvanische Beschichtung	einseitig

Die meisten Verfahren zur Messung arteigener innerer Spannungen beruhen auf der Verformung eines Metallkörpers. Die wichtigsten Messverfahren sind [Jel97II]:

- Streifendehnmethode
Bei der Streifendehnmethode wird ein Metallstreifen beidseitig galvanisch beschichtet und die Längenänderung aufgrund der Eigenspannungen gemessen.
- Messprinzip des biegsamen Streifens
Ein Metallstreifen wird einseitig galvanisch beschichtet. Bei Zugspannung verbiegt er sich in Richtung der galvanischen Beschichtung, bei Druckspannungen entgegengesetzt. Die Auslenkung an der Balkenspitze ist ein Maß für die inneren Spannungen der galvanischen Schicht [Lip04].

- Stressometer nach KUSHNER

Das Stressometer misst in einer eigenen Vorrichtung zur galvanischen Abscheidung die Auslenkung einer Metallmembran, die sich durch einseitige galvanische Beschichtung verformt.

- Spiralkontraktometer nach Brenner und Senderoff

Beim Spiralkontraktometer erfolgt die Abscheidung beidseitig auf einen schraubenförmig gewundenen Metallkörper, der die geringe Längenänderung der Streifendehnmethode verstärkt.

C.8 Die Messmethode des biegsamen Streifens

Die Messmethode des biegsamen Streifens entspricht am weitesten den in Tabelle A 11 gestellten Anforderungen. Wie bei den Werkstücken erfolgt die Beschichtung einseitig und kann im gleichen Prozessbecken durchgeführt werden. Damit sind wie bei der Beschichtung der Werkstücke ähnliche Strömungsverhältnisse und Anodenabstände gewährleistet. Durch Wahl der Dicke des Substrats kann bei der gleichen Schichtstärke der galvanischen Abscheidung wie auf dem Werkstück der Ausschlag des Biegebalkens in einen gut messbaren Bereich gebracht werden.

Folgende Gleichung beschreibt die Auslenkung eines zweischichtigen Biegebalkens bei Wirkung von inneren Spannungen in einer Schicht.

$$s = \frac{E_s \cdot d^2}{3 \cdot l^2} \cdot \frac{1 + \frac{E}{E_s} \cdot \frac{t^3}{d^3}}{1 + \frac{t}{d}} \cdot \frac{f}{t} \quad (\text{A } 5)$$

Der Mittelwert der inneren Spannungen s wird aus dem Zusammenhang verschiedener Messgrößen und Materialparameter berechnet, so dass Messfehler der Eingangsgrößen das Ergebnis beeinflussen. Probleme bei der Bestimmung der Eingangsgrößen der Gleichung werden im Folgenden diskutiert:

E-Modul des Substrats E_s

Der Elastizitätsmodul des Substrats ist vom Werkstoff des Substrats abhängig. Bei der Verwendung von Chrom-Nickel-Stahlblech wird der Elastizitätsmodul des Werkstoffs durch Verspannungen des Blechs, die im Herstellungsprozess eingetragen werden, und eine einseitige Lackierung überlagert. Deshalb werden die Edelstahlstreifen auf dem Messstand für Biegeaktoren vermessen und ein Gesamtlastizitätsmodul für den Streifen bestimmt.

Das E-Modul des Substrats hat einen direkten Fehlereinfluss auf den Messwert der Eigenspannungen.

Der Elastizitätsmodul der galvanisch abgeschiedenen Schicht E

Der Elastizitätsmodul der galvanisch abgeschiedenen Schicht wird mit demselben Messverfahren bestimmt wie das des Substrats.

Das E-Modul der galvanischen Schicht hat einen Fehlereinfluss vom 0,15-fachen auf den Messwert der Eigenspannungen.

Dicke des Substrats t

Die Dicke des Substrats ist von den Produktionstoleranzen des Edelstahlblechs abhängig.

Die Dicke des Substrats hat einen doppelten Fehlereinfluss auf den Messwert der Eigenspannungen.

Dicke der galvanischen Schicht d

Die Dicke der galvanischen Schicht wird durch das FARADAY'sche Gesetz bestimmt. Durch Messungen kann die Gleichmäßigkeit, die als homogen angenommen wird, und Schichtstärke überprüft werden.

Die Dicke der galvanischen Schicht hat einen negativen direkten Fehlereinfluss auf den Messwert der Eigenspannungen.

Länge des Substrats l

Die Länge des Substrats ist von den Herstellungstoleranzen abhängig. Bei 100 % -Messung kann sie auf einen Bereich von $< 0,2$ % reduziert werden.

Die Länge des Substrats hat einen Fehlereinfluss vom 1,7-fachen auf den Messwert der Eigenspannungen.

Messung der Verformung f

Die Messung der Verformung erfolgt mittels einer Mikrometerschraube. Es werden Genauigkeiten von $100\text{ }\mu\text{m}$ erreicht. Bei einer durchschnittlichen Auslenkung von 10 mm entspricht dies einem Fehler von 1 %.

Die Messung der Verformung hat einen direkten Einfluss auf den Messwert der Eigenspannungen.

Einspannung

Die Einspannung des Biegebalkens wird als ideale feste Einspannung angenommen.

Tabelle A 12 fasst die Messfehler zusammen. Unter realen Messbedingungen ist davon auszugehen, dass die einzelnen Messfehler nicht miteinander korrelieren, da jede einzelne Eingangsgröße mit einem anderen Messverfahren bestimmt wird, so dass der Gesamtmessfehler 3,15 % beträgt.

Tabelle A 12: Messfehler bei der Bestimmung der Eigenspannungen

Messwert	Einflussfaktor	Messfehler	gewichteter Fehler
E-Modul Substrat	1	1 %	1 %
E-Modul Schicht	0,15	1 %	0,15 %
Dicke des Substrats	2	1 %	2 %
Dicke der galvanischen Schicht	-1	1 %	-1 %
Länge des Substrats	-1,7	0,2 %	-1,7 %
Verformungsmessung	1	1 %	1 %
Gesamtfehler als Summe der Beträge der Einzelfehler (worst case)			5,85 %
Gesamtfehler als Summe der Fehlerquadrate			3,15 %

D Messergebnisse der Eigenspannungen in Nickelniederschlägen aus Sulfamatbädern

Eingangsparameter und Ergebnis der Einzelversuche der Versuchsreihe 1 in der Becherglasgalvanik.

Versuch	Nickelsulfamat [g/l]	Nickelchlorid [g/l]	pH	Temperatur [°C]	Stromdichte [mA/cm²]	innere Spannungen [Mpa]
1	214	0	5	30	200	7,84
2	214	0	5	70	50	37,49
3	214	0	4	30	50	42,94
4	214	0	3	70	200	71,29
5	214	0	3	30	125	41,46
6	214	0	3	50	50	28,83
7	214	0	3	70	50	8,89
8	214	15	5	30	200	25,44
9	214	15	4	70	200	34,19
10	214	30	5	70	200	61,68
11	214	30	5	50	125	58,67
12	214	30	5	30	50	47,48
13	214	30	4	70	50	36,34
14	214	30	3	30	200	59,82
15	340	0	5	50	200	40,26
16	340	0	4	70	125	25,53
17	340	15	5	70	50	27,59
18	340	15	3	30	50	68,19
19	340	30	4	30	200	73,88
20	340	30	3	70	200	47,43
21	466	0	5	70	200	35,38
22	466	0	5	30	50	65,8
23	466	0	3	30	200	123,18
24	466	0	3	70	50	37,73
25	466	15	3	50	200	61,06
26	466	15	5	30	125	93,24
27	466	30	5	30	200	94,53
28	466	30	5	70	200	47,77
29	466	30	5	70	50	47,53
30	466	30	4	50	50	53,08
31	466	30	3	70	125	54,85
32	466	30	3	30	50	78,51

Tabelle_A 13: Eingangsparameter und Ergebnis der Einzelversuche der Versuchsreihe 1 in der Becherglasgalvanik.

Eingangsparameter und Ergebnis der Einzelversuche der Versuchsreihe 2 in der Galvanikanlage für mikrosystemtechnische Anforderungen.

Versuch	Temperatur [°C]	Stromdichte [mA/cm ²]	Anströmung [l/min]	Rotation [1/min]	innere Spannungen [MPa]
1	30	50	6	1	81,45
2	30	50	6	90	72,3
3	30	50	15	90	63,73
4	30	50	15	30	69,52
5	30	125	15	1	110,21
6	30	200	6	90	137,62
7	30	200	6	1	124,32
8	30	200	9	30	141,94
9	30	200	15	1	113,81
10	30	200	15	90	128,67
11	50	50	9	1	50,43
12	50	125	6	30	107,95
13	50	125	9	90	104,47
14	50	200	15	30	121,79
15	65	50	6	1	31,62
16	65	50	6	90	34,64
17	65	50	15	1	29,14
18	65	50	15	90	29
19	65	125	9	30	53,57
20	65	200	6	1	112,89
21	65	200	6	90	75,09
22	65	200	15	1	60,88
23	65	200	15	90	59,54

Tabelle A 14: Eingangsparmeter und Ergebnis der Einzelversuche der Versuchsreihe 2 in der Galvanikanlage für mikrosystemtechnische Anforderungen

Tabelle A 15: Koeffizienten des ermittelten Polynoms des Prozessmodells für Versuchsreihe 1 und 2

	Koeffizienten Versuchsreihe 1		Koeffizienten Versuchsreihe 2	
Konstante		246,67		103,8
lineare	Nickelsulfamat [g/l]	-0,20	Temperatur [°C]	-8,009
Einfluss- koeffizienten	Nickelchlorid [g/l]	1,071	Stromdichte [mA/cm ²]	-0,762
	pH-Wert	-60,098	Anströmung [l/min]	-0,832
	Temperatur [°C]	-2,832	Rotation [1/min]	0,252
	Stromdichte [mA/cm ²]	0,562		
quadratische	Nickelsulfamat [g/l]	0,000	Temperatur [°C]	0,096
Einfluss- koeffizienten	Nickelchlorid [g/l]	0,020	Stromdichte [mA/cm ²]	0,0005
	pH-Wert	3,861	Anströmung [l/min]	0,055
	Temperatur [°C]	0,023	Rotation [1/min]	-0,0006

	Stromdichte [mA/cm ²]	-0,001		
Wechsel- wirkungen	Nickelsulfamat, Nickelchlorid	-0,004	Temperatur, Stromdichte	0,006
	Nickelsulfamat, pH-Wert	0,044	Temperatur, Anströmung	0,00008
	Nickelsulfamat, Temperatur	-0,002	Temperatur, Rotation	-0,0038
	Nickelsulfamat, Stromdichte	0,000	Stromdichte, Anströmung	0,0036
	Nickelchlorid, pH-Wert	0,036	Stromdichte, Rotation	0,00003
	Nickelchlorid, Temperatur	0,011	Anströmung, Rotation	0,0033
	Nickelchlorid, Stromdichte	-0,003		
	pH-Wert, Temperatur	0,138		
	pH-Wert, Stromdichte	-0,017		
	Temperatur, Stromdichte	-0,005		

Die Größe der Koeffizienten ist vom Wert der Einflussgröße – pH-Wert 3 bis 5, Nickelsulfamat 214 bis 466 g/l - abhängig, mit der er multipliziert wird.

E Messergebnisse der Trennmembranen

Galvanogeformte Trennmembranen

Material: Nickel

Radius: 4,5 mm

Dicke 25µm

Wellenhöhe: 300 µm

Konustiefe: 200 µm

Vorspannung: 100 MPa

Tabelle A 16: Messergebnisse der galvanogeformten Trennmembranen

Membran Nr.	Unterziehvolumen [µl]	Nachgiebigkeit [µl/bar]	Linearitätsfehler [%]	Hysteresefehler [%]
203	5,03	11,25	4,24	-3,32
204	1,46	6,67	0,08	-0,05
205	0,98	7,03	-0,11	2,82
210	5,01	6,67	6,67	-4,78
211	1,75	3,78	5,44	0,88
227	1,51	8,32	14,99	1,19

233	3,82	14,1	-4,26	1,49
241	2,82	7,21	31,07	2,81
257	5,78	8,77	-21,79	5,87
258	1,72	13,92	-0,89	2,84
260	0,93	9,56	6,92	7,17
261	0,47	7,64	15,29	6,73
262	1,40	6,58	-5,87	3,17
263	2,66	13,05	18,6	7,69

F Statische Messung der Drucksensoren

Der Druckmessplatz wurde von KUHN im Rahmen seiner Dissertation entwickelt und ist dort detailliert beschrieben [Kuh01]

Die Verwendeten Messgeräte

Der Druckmessplatz kann parallel 10 Sensoren vermessen. Tabelle A 17 zeigt die verwendeten Geräte.

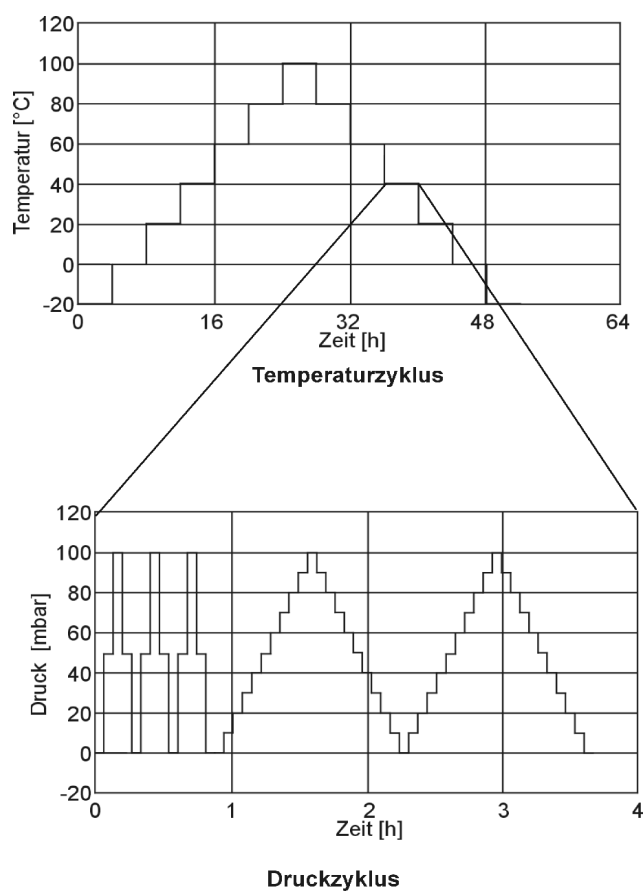
Tabelle_A 17: Geräte des Druckmessplatzes

Gerät	Erläuterung
PC	Steuerung des Messablaufs über die Software LabVIEW Ansteuerung der Geräte über den GPIB-Bus Speicherung der Messdaten Auswertung der Messdaten mit der Tabellenkalkulation Star Office 8 Calc
Druckquelle PPC 2 von DH Instruments	Nenndruckbereich: 1 bar Messfehler: 0,002%
Druckquelle DPI 510 von Druck	Nenndruckbereich: 10 bar Messfehler: 0,04 %
Brückenspeisegerät Eigenbau	unabhängige Speisung von 10 Messbrücken Strom- und Spannungsspeisung Spannungs- und Strommessung 4-Draht-Messung Messfehler: 0,001 %
Messstellenumschalter HP 3488 A	Umschaltung der 10 Messkanäle mit 40 Schaltkanälen auf das Multimeter

Gerät	Erläuterung
Digitalmultimeter HP 34401 A	Messfehler: 0,0006 %
Klimaschrank SB 11/80/40 von Weiss	Temperaturabweichung 0,05 K

Das verwendete Messregime

Das Messregime ist in Abbildung A 4 dargestellt. Die drei Drucksprünge am Anfang jeder Druckstufe dienen zum Entspannen von temperaturbedingten Verspannungen in den Drucksensoren.



Abbildung_A 4: Messzyklus der mediengetrennten Drucksensoren

Messergebnisse der Drucksensoren

Tabelle A 18 zeigt die Messergebnisse der Drucksensoren.

Sensor Nr			229	224	236	245	225	242	241	235	220	227	246	Mittelw.
Typ			relativ	relativ	relativ	relativ	relativ	relativ	relativ	relativ	relativ	relativ	relativ	
Messung des Primärsensors														
Offset $U_0(20^\circ\text{C})$ [V]	$U_0(20^\circ\text{C})$ [mV]		-11,37	-23,97	-24,59	-11,76	-23,42	-12,87	-29,24	-1,33	-26,93	-36,26	-10,08	-19,26
Übertragungsfaktor	$B_0(20^\circ\text{C})$ [mV/Vbar]		100,09	95,25	100,47	106,83	93,23	100,06	106,50	94,35	92,77	94,54	101,76	98,71
Linearitätsfehler max.	$F_{lin}(\vartheta)$ [%]		-0,15	-0,10	-0,17	-0,14	-0,07	-0,13	-0,15	-0,08	-0,07	-0,08	-0,14	-0,12
Hysteresefehler max.	$F_H(\vartheta)$ [%]		0,27	11,36	0,05	0,08	0,09	0,09	0,10	0,11	0,12	0,14	0,09	1,14
Zufällige Fehler max.	$F_z(\vartheta)$ [1]		0,0000	0,0037	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0003
Temp.koeff. d. Nullpunkts \uparrow	$\alpha_0\uparrow$ [K-1]		0,0004	0,0002	0,0005	0,0002	-0,0001	0,0001	0,0001	0,0000	0,0003	-0,0001	0,0001	0,0002
Temp.koeff. d. Nullpunkts \downarrow	$\alpha_0\downarrow$ [K-1]		0,0003	0,0003	0,0007	0,0002	0,0000	0,0002	0,0001	-0,0002	0,0005	0,0001	0,0001	0,0002
Temp.koeff. d. Übertragungsfaktors \uparrow	$\alpha_B\uparrow$ [K-1]		-0,0020	-0,0016	-0,0020	-0,0020	-0,0020	-0,0020	-0,0019	-0,0019	-0,0020	-0,0019	-0,0019	-0,0019
Temp.koeff. d. Übertragungsfaktors \downarrow	$\alpha_B\downarrow$ [K-1]		-0,0024	-0,0034	-0,0026	-0,0024	-0,0025	-0,0024	-0,0024	-0,0025	-0,0026	-0,0025	-0,0024	-0,0026
Aufweitung max	$\Delta U_0(\vartheta)\uparrow\downarrow$ [mV]		0,36	0,16	0,13	0,12	0,31	0,20	0,28	0,71	0,52	0,18	0,16	0,28
Messung des ölbefüllten Sensors														
Membran Nr. (+/-)														
Offset $U_0(20^\circ\text{C})$ [V]	$U_0(20^\circ\text{C})$ [mV]		64	62	87	35	81	75	204	83	26	27	206	
Übertragungsfaktor	$B_0(20^\circ\text{C})$ [mV/Vbar]		-32,37	-54,46	-82,78	-135,69	-39,17	-76,74	-56,66	-36,22	-127,99	-86,08	-35,32	-69,41
Linearitätsfehler max.	$F_{lin}(\vartheta)$ [%]		99,72	97,94	97,33	99,08	93,03	97,39	105,46	93,46	86,25	93,02	100,89	96,69
Hysteresefehler max.	$F_H(\vartheta)$ [%]		-0,28	0,25	1,71	0,87	0,59	2,38	0,46	1,39	3,27	3,78	0,60	1,37
Zufällige Fehler max.	$F_z(\vartheta)$ [1]		0,34	0,57	0,72	0,79	0,95	1,09	1,37	1,96	1,98	2,22	2,95	1,36
Temp.koeff. d. Nullpunkts \uparrow	$\alpha_0\uparrow$ [K-1]		0,0000	0,0000	0,0066	0,0001	0,0000	0,0065	0,0059	0,0000	0,0002	0,0003	0,0000	0,0018
Temp.koeff. d. Nullpunkts \downarrow	$\alpha_0\downarrow$ [K-1]		0,0111	0,0198	0,0417	0,0415	0,0317	0,0390	0,0252	0,0333	0,0390	0,0347	0,0279	0,0314
Temp.koeff. d. Übertragungsfaktors \uparrow	$\alpha_B\uparrow$ [K-1]		0,0153	0,0267	0,0558	0,0518	0,0446	0,0537	0,0518	0,0466	0,0535	0,0530	0,0731	0,0478
Temp.koeff. d. Übertragungsfaktors \downarrow	$\alpha_B\downarrow$ [K-1]		-0,0019	-0,0019	-0,0018	-0,0011	-0,0021	-0,0019	-0,0020	-0,0020	-0,0015	-0,0019	-0,0020	-0,0018
Aufweitung max	$\Delta U_0(\vartheta)\uparrow\downarrow$ [mV]		-0,0023	-0,0022	-0,0003	-0,0003	-0,0019	-0,0010	-0,0007	-0,0015	-0,0006	-0,0005	-0,0002	-0,0011
Auswertungen														
Fehlerquellen in % bezogen auf befüllte Sensoren														
Offset $U_0(20^\circ\text{C})$ [V]	$U_0(20^\circ\text{C})$ [%]		64,87	55,99	70,30	91,33	40,21	83,22	48,39	96,33	78,96	57,87	71,46	68,99
Übertragungsfaktor	$B_0(20^\circ\text{C})$ [%]		-0,37	2,75	-3,23	-7,82	-0,21	-2,74	-0,99	-0,96	-7,56	-1,64	-0,86	-2,15
Linearitätsfehler max.	$F_{lin}(\vartheta)$ [%]		44,78	139,72	109,94	116,02	111,98	105,32	131,70	105,84	101,99	102,07	123,64	108,45
Hysteresefehler max.	$F_H(\vartheta)$ [%]		18,13	-1877,90	92,99	90,36	90,18	91,79	92,68	94,26	94,08	93,59	96,86	-93,00
Zufällige Fehler max.	$F_z(\vartheta)$ [%]		-24,25	100,00	100,00	99,86	81,54	100,00	100,00	99,82	99,95	99,96	97,90	86,80
Temp.koeff. d. Nullpunkts \uparrow	$\alpha_0\uparrow$ [%]		96,65	99,20	98,91	99,54	100,18	99,65	99,70	99,95	99,27	100,16	99,46	99,34
Temp.koeff. d. Nullpunkts \downarrow	$\alpha_0\downarrow$ [%]		97,72	99,05	98,67	99,54	99,99	99,70	99,88	100,45	98,98	99,78	99,83	99,42
Temp.koeff. d. Übertragungsfaktors \uparrow	$\alpha_B\uparrow$ [%]		-4,01	15,77	-9,09	-71,58	6,63	-5,85	1,58	0,58	-31,02	-2,91	2,00	-8,90
Temp.koeff. d. Übertragungsfaktors \downarrow	$\alpha_B\downarrow$ [%]		-5,31	-59,56	-674,96	-770,93	-29,99	-141,51	-232,30	-65,07	-299,43	-391,93	-1035,74	-336,97
Aufweitung max	$\Delta U_0(\vartheta)\uparrow\downarrow$ [%]		94,38	98,42	98,20	97,49	98,56	98,89	98,78	89,91	86,30	99,04	99,52	96,32
Ak. Nachgiebigkeit der Membran														
Unterziehvolumen der Membran	[$\mu\text{l}/\text{bar}$]		21,82	9,47	3,91	5,76	5,27	3,86	6,67	4,78	6,23	4,75	6,23	7,16
Konstantes Volumen im Sensor	14,91 [1/K]		4,73	3,54	0,79	2,75	2,2	1,54	1,46	1,29	2,42	1,77	2,98	2,32
Temp.Koeffizient des Öls	[1/K]													
Offsetveränderung durch Befüllen	[mV]		-21,00	-30,49	-58,19	-123,93	-15,75	-63,87	-27,42	-34,89	-101,07	-49,82	-25,24	-50,15
Druckanstieg im Sensor	[mbar]		-41,95	-64,02	-115,84	-232,03	-33,79	-127,66	-51,49	-73,95	-217,9	-105,39	-49,61	-101,61
Ak. Nachgiebigkeit der Membran	[$\mu\text{l}/\text{bar}$]		21,82	9,47	3,91	5,76	5,27	3,86	6,67	4,78	6,23	4,75	6,23	7,16
Fehlervolumen durch Befüllung	[μl]		0,92	0,61	0,45	1,34	0,18	0,49	0,34	0,35	1,36	0,5	0,31	0,73
Ölvolumen im Sensor	[μl]		20,56	19,06	16,15	19	17,29	16,94	16,71	16,56	18,69	17,18	18,2	17,95
berechneter Temp.koeff. d. Nullp. \uparrow			0,0093	0,0199	0,0409	0,0326	0,0325	0,0435	0,0248	0,0343	0,0297	0,0358	0,0289	0,0248
Abweichung Temp.koeff. Nullp.	[%]		15,98	-0,57	1,81	21,31	-2,47	-11,39	1,58	-2,96	23,83	-3,36	-3,45	-0,54
Auf Mittelw. normierter Offset			0,42	0,61	1,16	2,47	0,31	1,27	0,55	0,7	2,02	0,99	0,5	1
Auf Mittelw. normierter Übertr.faktor			0,17	-1,28	1,5	3,64	0,1	1,28	0,46	0,45	3,52	0,76	0,4	1

Tabelle_A 18: Messergebnisse der Drucksensoren

Literatur

Literaturverzeichnis

Literaturverzeichnis

- [And66] Andreeva, L.: *Elastic Elements of Instruments*. Daniel Davey & Co., NewYork 1966
- [Rüb06] Ballas, R.: *Statisches und dynamisches Verhalten von piezoelektrischen Multilayer-Biege*. Dissertation, TU-Darmstadt Eigenverlag, Darmstadt 2006
- [Bao00] Bao, M.-H.: *Micro Mechanical Transducers, Handbook of Sensors and Actuators, Volume 8*. Elsevier, NewYork 2000
- [Bar05] Bartnizek, T.; Müller, E.; Raymond, D.: *LTCC Modules for a Mltible Phase Shifter with RS-Mems Switch Integration*. European Microelectronics and Packaging Conferance 2005
- [Bau01] Bauer, H.: *Sensoren im Kraftfahrzeug*. Robert Bosch GmbH, Stuttgart 2001
- [Bec95] Beckrath, A.: *Wika-Handbuch Druck- und Temperaturmesstechnik*. Wika, Miltenberg 1995
- [Blo02] Bloch, H.; Werthschützky, R.: *Mikrogehäuste mediengetrennte Silizium-Druck- und Differenzdrucksensoren fü.* Verbundvorhaben, 16SV1570, BMBF 2002
- [Bru84] Brugger, R.: *Die galvanische Vernickelung*. Eugen Leuze Verlag, Saulgau 1984
- [Cam39] Cambi, L.; Piontelli, R.: *Nickelabscheidung aus Sulfamatelektrolyten*. Italienisches Patent 368824 1939
- [Chr71] Christen, H. R.: *Einführung in die Chemie*. Diesterweg Verlag, Frankfurt a. M. 1971
- [Dan95] Dankert, H.; Dankert J.: *Technische Mechanik: Statik, Festigkeitslehre, Kinematik*. B. G. Teubner Verlag, Stuttgart 1995
- [Dau99] Dauenhauer, D.: *Sensor History*. allsensors Inc. San Iose, CA 1999
- [Dei05] Deier, E.; Hoyden, J.; Wilde, J.; Becker, K.: *Thermomechanische Einflüsse der Chipklebung auf die Genauigkeit mikromechan.* 2005

- [Det63] Dettner,H;Elze,J: *Handbuch der Galvanotechnik*. Carl Hanser Verlag, München 1963
- [Bar94] DiBari, G.: *Nickel Plating*. ASMHandbook Surfaceengineering 5, 1994
- [Dig82] DiGiovanni, M.: *Flat and Corrugated Diaphragm Design Handbook*. Marcel Dekker Inc., NewYork 1982
- [Düm89] Dümcke, R.; wachter, A.: *Einsatz von Simulationsverfahren in der Sensor-Gehäusetechnik*.tm - Technisches Messen 56 (1989) 11,1989
- [Ebe53] Ebert, H.; Gielessen, J.: *Unter-, Überdruckmesser, Mikromanometer Übersicht*. Archiv für Technisches Messen, Oldenbourg Verlag, 1953
- [Esc86] Eschenauer, H.; Schnell, W.: *Elastizitätstheorie I: Grundlagen, Scheiben, Platten*. BI Wissenschaftsverlag 1986
- [Feo49] Feodosev, V.: *Uprugie Elementi Tochnogo priborostroenija (dt.: Elastische Elemente techni*. Staatlicher Verlag für Militärtechnik, Moskau 1949
- [Fri02] Fritz, T.: *Charakterisierung galvanisch abgeschiedener Nickel- und Nickelwolframschich*. RWTH Aachen, Aachen 2002
- [Fri02a] Fritz, T., Cho, H.S., Hemker, K.J., Mokwa, W., Schnackenberg, U.: *Characterisation of electroplated nickel*. Microsystem Technologies 9, 2002
- [Gai88] Gaida, B.: *Einführung in die Galvanotechnik*. Eugen Leuze Verlag, Saulgau 1988
- [Ger87] Gerlach, G.: *Mechanische Störeinflüsse an integrierten pizoresistiven Drucksensoren klei*. TU-Dresden, Dresden 1987
- [Ger97] Gerlach, G.; Dötzel, W.: *Grundlagen der Mikrosystemtechnik*. Carl Hanser Verlag, München 1997
- [Ger05] Gerlach, G.; Werthschützky, R.: *50 Jahre Entdeckung des piezoresistiven Effekts - Geschichte und Entwicklun*.tm - Technisches Messen 72 (2005) 2,2005
- [Gev00] Gevatter, H.: *Automatisierungstechnik 1 - Meß- und Sensortechnik*. Springer Verlag, Berlin 2000
- [Gre99] Grelland, R.: *A low cost, fully signal conditioned pressure sensor microsystem with excel*.SENSOR 99 Proceedings I,1999
- [Grü80] Grünwald, F.: *Fertigungsverfahren in der GErätetechnik*. VEB Verlag Technik Berlin, Berlin 1980
- [Hab97] Habenicht, G.: *Kleben - Grundlagen, Technologie, Anwendung*. Springer Verlag, Berlin 1997
- [Ham64] Hammond, R.A.F.: *Galvanische Vernickelung in Sulfamatbädern*. Nickel- Informationsbüro, Düsseldorf 1964
- [Har88] Harsch, S.,Ehrfeld, W., Maner, M.: *Untersuchungen zur Herstellung von*

Mikrostrukturen großer Strukturhöhe durc. ,1988

- [Hea04] Hearne, S.J., Floro, J.A.: *Mechanisms inducing compressive stress during electrodeposition of Ni*. Journal of applied physics 97, 2004
- [Hen13] Henck, H.: *Über den Spannungszustand in rechteckigen Platten bei gleichmäßig verteilte*. Oldenbourg, München 1913
- [Hof94] Hoffmann, J.: *Mathlab und Simulink*. Addison-Wesley, Bonn 1998
- [Oho00] Hohlfeld, O.: *Galvanische Herstellung von Membranen*. Offenlegungsschrift DE 199 05006 A1 2000
- [Oho01] Hohlfeld, O.: *Miniaturisierte korrosionsfeste Gehäuse für Silizium-Drucksensoren*. VDI-Verlag, Düsseldorf 2001
- [Inc06] Inco, ampere GmbH (Hrsg.): *Inco Guide to Nickelplating*. ampere GmbH, Rodgau 2006
- [Jel99] Jelinek, T. W.: *Prozessbegleitende Analytik in der Galvanotechnik*. Eugen Leuze Verlag, Saulgau 1999
- [Jel97II] Jelinek, T. W.: *Prüfung von funktionellen metallischen Schichten*. Eugen Leuze Verlag, Saulgau 1997
- [Jel97] Jelinek, T. W.: *Praktische Galvanotechnik*. Eugen Leuze Verlag, Saulgau 1997
- [Jer89] Jerman, J. H.: *The Fabrication and Use of Micromachined Corrugated Silicon Diaphragms*. Custom Product Papers and Briefs 4 (1989), 1989
- [Kad05] Kaden, G.: *Das Packaging, der Schlüssel für die praktische Nutzung des piezoresistiven*.tm - Technisches Messen 72 (2005) 12, 2005
- [Kan00] Kanani, N.: *Galvanotechnik*. Carl Hanser Verlag, München Wien 2000
- [Kar00] Karthaus, J., Bade, K., Bacher, W.: *Galvanische Abscheidung aus nichtwässrigen Elektrolyten für die Mikrosystem*. ,2000
- [Kle80] Kleinekathöfer, W.: *Der Einfluss von Strommodulation auf die Eigenschaften von galvanisch abges.* RWTH Aachen, Aachen 1980
- [Kle06] Kleppmann, W.: *Taschenbuch Versuchsplanung*. Carl Hanser Verlag, München 2006
- [Kra98] Kranz, E.: *Effect of nickel chloride on anode solubility, hardness, and internal stres*. Galvanotechnik 89 (9), 1998
- [Kra94] Krause, W.: *Grundlagen der Konstruktion: Elektronik, Elektrotechnik, Feinmechanik*. Karl Hanser Verlag, München 1994
- [Kuh01] Kuhn, S.: *Meßunsicherheit elektromechanischer Wirkprinzipien zur Druckmessung und Opt.* VDI Verlag, Düsseldorf 2001

- [Lan84] Langlais, J.-M.: *Beitrag zur galvanischen Abscheidung von Eisen-Chrom-Nickel-Legierungen*. RWTH Aachen, Aachen 1984
- [Lap96] Lapadatu, D.; Pyka, A.; Puers, R.: *Corrugated Silicon Nitrid Membranes as Suspensions in Micromachined Silicon*. Micromechanics and Microengineering 6 (1996), 1996
- [Lar03] Larsen, K.P., Rasmussen, A.A., Ravnkilde, J.T., Ginnerup, M., Hansen, O.: *MEMS device for bending test: measurements of fatigue and creep of electroph.* Sensors and Actuators 103 (1-2), 2003
- [Cha00] Lee, C., B.; Kim, E. S.: *An Analysis of Partly Corrugated Rectangular Diaphragms Using the Rayleigh-Ritz*. Journal of Micromechanical Systems Vol. 9, No. 3, 2000
- [Lei80] Leipholz, H.: *Stabilität elastischer Systeme*. G. Brauner Verlag, Karlsruhe 1980
- [Lei68] Leipholz, H.: *Einführung in die Elastizitätstheorie*. G. Brauner Verlag, Karlsruhe 1968
- [Len77] Lenk, A.: *Elektromechanische Systeme - Band 2 - Systeme mit verteilten Parametern*. VEB Verlag Technik, Berlin 1977
- [Len73] Lenk, A.: *Elektromechanische Systeme - Band 1- Systeme mit konzentrierten Parametern*. VEB Verlag Technik, Berlin 1973
- [Len89] Lenk, A.: *Heuristische Fehlermodelle für Messgeräte. Studie Messwerterfassung 3/89*. TU-Dresden, Institut für technische Akustik, Dresden 1989
- [Len00] Lenk, A.; Pfeifer, G.; Werthschützky, R.: *Elektromechanische Systeme*. Springer Verlag, Berlin 2000
- [Les04] Leschka, S.: *Entwurfsmethoden und Leistungsgrenzen elektromechanischer Schallquellen für*. TU-Dresden, Dresden 2004
- [Mat95] Matsuoka, Y.; Yamamoto, Y.; Tobita, T.; Shimada, S.; Yasukawa, A.: *Design Method for Sensing Body of Differential Pressure Transmitter Using Si*. IEEE - Transactions on Instrumentation and Measure Vol.44, No. 3, 1995
- [Men83] Menzel, U.: *Ein Beitrag zum elektromechanischen Entwurf und der Realisierung piezoresist.* TU-Dresden, Dresden 1983
- [Mes00] Mescheder, U.: *Mikrosystemtechnik*. B.G. Teubner, Stuttgart, Leipzig 2000
- [Mül02] Müller, G.; Groth, C.: *FEM für Praktiker*. Expert-Verlag, Renningen 2002
- [Mul91] Mullern, C. J.; Gabriel, K. J.; Fujita, H.: *Large Deflection Performance of Surface Micromachined Corrugated Diaphragms*. , 1991
- [Mys69] Myszkowski, J.: *Nichtlineare Probleme der Plattentheorie*. Vieweg Verlag, Braunschweig 1969
- [Akt05] N. N.: *Produktkatalog 2005: Pressure Sensors made in Germany*. Aktiv Sensor

- GmbH, Stahnsdorf 2005
- [Con06] N. N.: *Conrad Produktkatalog 2006/2007*. Conrad Elektronik GmbH, Hirschau 2006
- [Kel03] N. N.: *Produktkatalog 2003*. Keller AG für Druckmesstechnik, Winterthur 2003
- [Not01] Notrap, D. L.: *Metallische Konstruktionswerkstoffe in der Mikrosystemtechnik bei strukturi.*, 2001
- [Pfe89] Pfeifer, G.; Werthschützky, R.: *Drucksensoren*. VEB Verlag Technik Berlin, Berlin 1989
- [Pui90] Puipe, J.-C.: *Pulse-Plating*. Eugen Leuze Verlag, Saulgau 1990
- [Sch94] Scheeper, P. R.; Olthuis, W.; Bergveld, P.: *The Design, Fabrication and Testing of Corrugated Silicon Nitride Diaphragm*. Journal of Micromechanical Systems Vol. 3, No. 1, March, 1994
- [Seb77] Seber, G., Wild, C.: *Linear Regression Analysis*. Wiley, New York 1977
- [Seb89] Seber, G.; Wild, C.: *Nonlinear Regression*. Wiley, New York 1989
- [Shi96] Shi, J.; Maita, G. F.: *The Post-critical Analysis of Axisymmetric Hyper-elastic membranes by the f*. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering 135 (1996), 1996
- [Sin07] Sindlinger, S.: *Einfluss der Gehäusung auf die Messunsicherheit von mikrogehäusten Drucksens.* Dissertation, TU-Darmstadt Eigenverlag, Darmstadt 2007
- [Sin04] Sindlinger, S.; Wohlgemuth, C.; Werthschützky, R.: *Einfluss der Gehäusung auf den Entwurf und die Realisierung umweltrobuster, tm* - Technisches Messen 71 (2004) 4, 2004
- [Smi54] Smith, C. S.: *Piezoresistence Effect in Germanium and Silicon*. Physical Review 95, S. 42-49 1954
- [Soi02] Soin, N.; Majlis, Y.: *An Analytic Study on Diaphragm Behaviour for Micromachined Capacitive Press*. ICSE2002, Proceedings 2002
- [Sta04] Stavroulis, S.: *Rechnergestützter Entwurf von piezoresistiven Silizium-Druckmeselementen m*. Dissertation, TU-Darmstadt Eigenverlag, Darmstadt 2004
- [Sto06] Stolze, D.: *Erfolgreiche Kooperation auf dem Gebiet der Drucksensorik mit der CiS GmbH*. Workshop IPHT, 11.05.2006 2006
- [Thi06] Thiele, P.; u.a.: *Teilvorhaben Entwicklung stabiler miniaturisierter miniaturisierter Druckse*. BMBF Schlussbericht Verbundprojekt MATCHDRUCK 16S 2006
- [Tim40] Timoshenko, S.: *Theory of Plates and Shells*. McGraw-Hill Book Company, New York, London 1940

- [Trä98] Tränkler, H.-R.; Obermeyer, E.: *Sensortechnik*. Springer Verlag, Berlin 1998
- [Tsu02] Tsuru, Y., Nomura, M., Foulkes, F.R.: *Effects of boric acid on hydrogen evolution and internal stress in films de*. Journal of Applied Electrochemistry 32, 2002
- [Tsu05] Tsuru, Y., Takemoto, H.: *Evaluation of wetting agents by means of the buoyancy caused by hydrogen bub*. Hyomen Gijutsu 56 (1), 2005
- [Van98] Vangbo, M.: *An Analytic Analysis of a Compressed Bistable Buckled Beam*. Sensors and Actuators A 69 (1998), 1998
- [VDM02] VDMA (Hrsg.): *VDMA-Einheitsblatt: Bausteine und Schnittstellen der Mikrotechnik*. VDMA-Verlag, Frankfurt a. M. 2002
- [Wal05] Wall, F.D., Martinez, M.A., Vandenvyle, J.J.: *Corrosion behavior of a structural nickel electrodeposit*. Microsystem Technologies 11, 2005
- [Wea71] Weaver, J. A.: *Differential Pressure Measuring Apparatus*. United States Patent 3.559.488 1971
- [Wer82] Werthschützky, R.: *Entwurf und Realisierung integrierter piezoresistiver Druckaufnehmer*. TU-Dresden, Dresden 1982
- [Whi78] Whitehead, R., C.: *Differential Pressure Transmitter with Sensor Protection*. United States Patent 4.072.058 1978
- [Win71] Winkler, L.: *Galvanoformung mit Nickel*. International Nickel Deutschland GmbH 1971
- [Woh05] Wohlgemuth, C.; Sindlinger, S.; Werthschützky, R.; Thiele, P.: *Mikrogehäuse mediengetrennte Silizium-Druck- und Differenzdrucksensoren für*. Oldenbourg Verlag München 2005
- [Wol62] Wolmir, A.; Duda, A.: *Biegsame Platten und Schalen*. VEB Verlag für Bauwesen, Berlin 1962
- [Wue65] Wuest, W.: *Die Berechnung von Bourdonfedern*. Archiv für Technisches Messen, Oldenbourg Verlag 1965
- [Zah03] Zahout, C.: *Angepasste Signalverarbeitung für piezoresistive Drucksensoren*. Dissertation, TU-Darmstadt Eigenverlag, Darmstadt 2003

Vom Verfasser betreute studentische Arbeiten

- [Kra04] Krah, Thomas: *Optimierung von Drucksensormembranen*. Diplomarbeit 1564, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2004

-
- [Kar05] Karplak, Sascha: *Kleberdispenser für die Mikrotechnik*. Studienarbeit 1587, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2005
 - [Lip04] Lippold, Frank: *Ermittlung von Bad- und Prozessparametern bei der galvanischen Abscheidung von Trennmembranen*. Diplomarbeit 1577, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2004
 - [Lot04] Lotz, Peter: *Mikrocontrollergestützte Fehlerkorrektur von Drucksensoren*. Diplomarbeit 1541, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2004
 - [Nol03] Nolte, Sebastian: *Metall-Keramik-Verbindungen durch Kleben*. Diplomarbeit 1528, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2003
 - [Raf05] Rafflenbeul, Lutz: *Ableitung analytischer Gleichungen aus numerischen Simulationen*. Studienarbeit 1590, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2005
 - [Ste05] Steibert, Markus: *Praktische Untersuchungen zur galvanischen Abscheidung von Chrom-Nickel-Legierungen*. Diplomarbeit 1586, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2005
 - [Pem04] Lechner, Pia; Litsch, Dominik; Lückel, Kris; Schonert, Andreas: *Klebedispenser für die Mikrotechnik – EMK-lebomat*. Projektseminar II SS 04, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2004
 - [Pem05] Heinickel, Patrick; Lückel, Kris; Kober, Timo; Rossner, Tim: *Automatisierung eines Messstandes zum Ablösen und Vermessen von Trennmembranen für mikrogehäusten, mediengetrennten Silizium-Druck und Differenzdrucksensoren*. Projektseminar III WS 04/05, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2005
 - [Pem05] Kuhn, Thomas; Neumann, Matthias; Riedmann, Simone: *Galvanische Herstellung miniaturisierter Verformungskörper*. Projektseminar II SS 05, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2005
- Hatzfeld, Christian: *Drucksensoren für raue Umgebungsbedingungen mit magnetolestischem Wirkprinzip*. Studienarbeit 1628, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2007
- Schlosser, Michael: *Piezoresistiver Drucksensor für Nenndrücke bis 500 bar mit Gel als Koppelmedium und galvanisch erzeugter Gelabdeckung*. Diplomarbeit 1624, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2006
- Volland, Karsten: *Alternative Konzepte für Glüh- und Zündkerzen mit integrierter*

Messsensorik zur Druckmessung in Brennräumen von Diesel- und Benzinmotoren. Diplomarbeit 1557, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2004

Langsdorf, Jan; Pinto, Francis; Werner, Reinhard: *Miniaturleuchteinheit mit induktiver Energieübertragung.* Projektseminar III WS 02/03, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2003

Berghäuser, Tobias; Kartunov, Kiril; Niemczyk, Martin: *Galvanisch getrennte Übertragung von Signalen und Energie in der Prozessmesstechnik.* Projektseminar IV SS 03, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2003

Bogdahn, Markus; Flittner, Klaus; Heinickel, Patrick; Kassner, Sebastian; Krakert, Christian: *Elektromechanischer Dartspieler – EMK-lücksschuss.* Projektseminar I WS 03/04, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt 2004

Büscher, Daniel; Groh, Andreas; Singer, Carsten: *Entwicklung eines Linearantriebes auf Basis eines Rollmaßbandes.* Projektseminar III WS 05/06, Institut für Elektromechanische Konstruktionen, TU-Darmstadt, 2006

Eigene Veröffentlichungen

H. F. Schlaak; R. Werthschützky; D. Eicher; M. Voit (Herausg.): *Vierzig Jahre Institut für Elektromechanische Konstruktionen - Von der Elektromechanik zur Mechatronik und Mikrosystemtechnik - 1963 – 2003.* TUD Schriftenreihe Wissenschaft und Technik, Band 85, Technische Universität Darmstadt 2003

S. Sindlinger; C. Wohlgemuth; R. Werthschützky: *Einfluss der Gehäusung auf den Entwurf und die Realisierung umweltrobuster, miniaturisierter Drucksensoren.* XVII. Messtechnisches Symposium AHMT, 29. September - 01. Oktober 2003, Darmstadt, S. 75-88

S. Sindlinger; C. Wohlgemuth; R. Werthschützky: *Einfluss der Gehäusung auf den Entwurf und die Realisierung umweltrobuster, miniaturisierter Drucksensoren.* tm - Technisches Messen, (2004) 4, Oldenbourg-Verlag, S. 240-248

Wohlgemuth, C.; Lotz, P.; Werthschützky, R.: *Fehlerkorrektur piezoresistiver Drucksensoren mit optimierter Kalibrierung des Signalwandlers*. tm Technisches Messen, 72 (2005) 2, S. 83-92

Sindlinger, S.; Wohlgemuth, C.; Werthschützky, R.: *Effect of Packaging on the Uncertainty of Measurement of Miniaturised Pressure Sensors*. SENSOR 2005, 12th International Conference, 10-12 May 2005, Nürnberg, 2005, Proceedings, S. 55-60

Wohlgemuth, C.; Sindlinger, S.; Werthschützky, R.; Thiele, P.: *Mikrogehäuse mediengetrennte Silizium-Druck- und Differenzdrucksensoren für industrielle Anwendungen*. tm Technisches Messen, 72 (2005) 11, S. 638-645

Wohlgemuth, C.; Werthschützky, R.: *Eigenspannungen in Niederschlägen aus Nickelsulfamatelektrolyten*. mo Metalloberfläche, 60 (2006) 12

Wohlgemuth, C.; Werthschützky, R.: *Galvanoformung von Mikro-Trennmembranen*. GMM-Fachbericht 53 Technologien und Werkstoffe der Mikro- und Nanosystemtechnik. VDE Verlag Berlin, Offenbach 2007

Wohlgemuth, C.; Werthschützky, R.: *Design of Optimised Metal Diaphragms for Miniaturised Media Separated Silicon Pressure Sensors*. SENSOR 2007, 13th International Conference, 22-24 May 2007, Nürnberg, 2007, Proceedings, S. 247-252

Wohlgemuth, C.; Werthschützky, R.: *Entwurf miniaturisierter Gehäuse mit Medientrennung für piezoresistive Druck- und Differenzdrucksensoren*. Mikrosystemtechnik-Kongress 2007, 15.-17.-Oktober 2007, Dresden 2007

Lebenslauf

Persönliche Daten

Christian Alfred Wohlgemuth

geb. am 17. Oktober 1975 in Frankfurt am Main

Familienstand: verheiratet

Schul Ausbildung

1982 – 1986 Grundschule in Kelkheim, Albert von Reinach Schule

1986 – 1982 Gymnasium in Königstein, Bischof Neumann Schule

1992 – 1995 Gymnasium in Frankfurt Höchst, Freidrich Dessauer Gymnasium

Abschluss: Allgemeine Hochschulreife

Zivildienst

1995 – 1996 Rettungshelfer beim Malteser Hilfsdienst, Kelkheim

Studium

1996 – 1998 Grundstudium Elektrotechnik und Informationstechnik

Technische Universität Darmstadt

1998 – 2002 Hauptstudium Elektrotechnik und Informationstechnik

Studiengang Elektromechanische Konstruktionen

Technische Universität Darmstadt

Abschluss: Diplom-Ingenieur

Berufliche Tätigkeit

2002 – 2007 Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut

für Elektromechanische Konstruktionen

Technische Universität Darmstadt

ab 06. 2007 Entwicklungsingenieur für Drucksensorik

Aktiv-Sensor GmbH, Stahnsdorf

Berlin, 01. Oktober 2007